

特 許 協 力 条 約

PCT

REC'D 04 JAN 2005

WIPO

PCT

特許性に関する国際予備報告（特許協力条約第二章）

（法第12条、法施行規則第56条）

〔PCT36条及びPCT規則70〕

出願人又は代理人 の書類記号 KEM-119PCT	今後の手続きについては、様式PCT/IPEA/416を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO3/14509	国際出願日 (日.月.年) 14.11.2003	優先日 (日.月.年) 14.11.2002
国際特許分類 (IPC) Int. Cl. C30B29/06, C30B15/00		
出願人 (氏名又は名称) コマツ電子金属株式会社		

1. この報告書は、PCT35条に基づきこの国際予備審査機関で作成された国際予備審査報告である。
法施行規則第57条（PCT36条）の規定に従い送付する。

2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 5 ページからなる。

3. この報告には次の附属物件も添付されている。

a ☒ 附属書類は全部で 51 ページである。

☒ 補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関が認めた訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面の用紙（PCT規則70.16及び実施細則第607号参照）

☐ 第I欄4.及び補充欄に示したように、出願時における国際出願の開示の範囲を超えた補正を含むものとこの国際予備審査機関が認定した差替え用紙

b ☐ 電子媒体は全部で (電子媒体の種類、数を示す)。
配列表に関する補充欄に示すように、コンピュータ読み取り可能な形式による配列表又は配列表に関連するテーブルを含む。（実施細則第802号参照）

4. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。

☒ 第I欄 国際予備審査報告の基礎

☐ 第II欄 優先権

☐ 第III欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成

☒ 第IV欄 発明の単一性の欠如

☒ 第V欄 PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明

☐ 第VI欄 ある種の引用文献

☐ 第VII欄 国際出願の不備

☐ 第VIII欄 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 14.06.2004	国際予備審査報告を作成した日 10.12.2004	
名称及びあて先 日本国特許庁 (IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 横山 敏志	4G 2927
電話番号 03-3581-1101 内線 3416		

様式PCT/IPEA/409 (表紙) (2004年1月)

BEST AVAILABLE COPY

第I欄 報告の基礎

1. この国際予備審査報告は、下記に示す場合を除くほか、国際出願の言語を基礎とした。

- ☐ この報告は、_____ 語による翻訳文を基礎とした。
それは、次の目的で提出された翻訳文の言語である。

- ☐ PCT規則12.3及び23.1(b)にいう国際調査
☐ PCT規則12.4にいう国際公開
☐ PCT規則55.2又は55.3にいう国際予備審査

2. この報告は下記の出願書類を基礎とした。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に応答するために提出された差替え用紙は、この報告において「出願時」とし、この報告に添付していない。)

☐ 出願時の国際出願書類

☒ 明細書

第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
 第 1-50 ページ*、 22.11.2004 付けで国際予備審査機関が受理したもの
 第 _____ ページ*、 _____ 付けで国際予備審査機関が受理したもの

☒ 請求の範囲

第 1-18, 21 項、 出願時に提出されたもの
 第 _____ 項*、 PCT19条の規定に基づき補正されたもの
 第 19, 20 項*、 22.11.2004 付けで国際予備審査機関が受理したもの
 第 _____ 項*、 _____ 付けで国際予備審査機関が受理したもの

☒ 図面

第 1-37 ~~ページ~~/図、 出願時に提出されたもの
 第 _____ ページ/図*、 _____ 付けで国際予備審査機関が受理したもの
 第 _____ ページ/図*、 _____ 付けで国際予備審査機関が受理したもの

☐ 配列表又は関連するテーブル

配列表に関する補充欄を参照すること。

3. ☐ 補正により、下記の書類が削除された。

☐ 明細書 第 _____ ページ
☐ 請求の範囲 第 _____ 項
☐ 図面 第 _____ ページ/図
☐ 配列表(具体的に記載すること) _____
☐ 配列表に関連するテーブル(具体的に記載すること) _____

4. ☐ この報告は、補充欄に示したように、この報告に添付されかつ以下に示した補正が出願時における開示の範囲を超えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c))

☐ 明細書 第 _____ ページ
☐ 請求の範囲 第 _____ 項
☐ 図面 第 _____ ページ/図
☐ 配列表(具体的に記載すること) _____
☐ 配列表に関連するテーブル(具体的に記載すること) _____

* 4. に該当する場合、その用紙に“superseded”と記入されることがある。

第IV欄 発明の単一性の欠如

1. 請求の範囲の減縮又は追加手数料の納付の求めに対して、出願人は、

- ☐ 請求の範囲を減縮した。
- ☐ 追加手数料を納付した。
- ☐ 追加手数料の納付と共に異議を申立てた。
- ☐ 請求の範囲の減縮も、追加手数料の納付もしなかった。

2. ☒ 国際予備審査機関は、次の理由により発明の単一性の要件を満たしていないと判断したが、PCT規則68.1の規定に従い、請求の範囲の減縮及び追加手数料の納付を出願人に求めないこととした。

3. 国際予備審査機関は、PCT規則13.1、13.2及び13.3に規定する発明の単一性を次のように判断する。

- ☐ 満足する。
- ☒ 以下の理由により満足しない。

請求の範囲1-18に記載された発明の「技術的特徴」は、生産性を損なうことなくボイド欠陥のサイズ、密度を精度よく一定レベル以下に制御できるようにすることである。これに対し、請求の範囲19-21に記載された発明の「技術的特徴」は、シリコン単結晶中の炭素濃度を 3×10^{15} atoms/cm³以下とすることで無欠陥の結晶の取得率を向上させることであって、請求の範囲1-18に記載された発明の技術的特徴については全く記載されていない。

よって、請求の範囲1-21に記載された発明は、2つの発明を含んでおり、単一の一般的発明概念を形成しているものとは認められない。

4. したがって、国際出願の次の部分について、この報告を作成した。

☒ すべての部分

☐ 請求の範囲 _____ に関する部分

第V欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条（PCT35条(2)）に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性 (N)	請求の範囲	8, 9	有
	請求の範囲	1-7, 10-21	無
進歩性 (IS)	請求の範囲		有
	請求の範囲	1-21	無
産業上の利用可能性 (IA)	請求の範囲	1-21	有
	請求の範囲		無

2. 文献及び説明 (PCT規則70.7)

文献1: JP 2001-278692 A (信越半導体株式会社) 2001. 10. 10
 文献2: JP 61-193456 A (株式会社東芝 外1名) 1986. 08. 27
 文献3: JP 2001-102385 A (三菱マテリアルシリコン株式会社) 2001. 04. 13
 文献4: JP 03-279290 A (大阪チタニウム製造株式会社 外1名) 1991. 12. 10

(請求の範囲1-5)

請求の範囲1-5に記載された発明は、国際調査報告書に引用された文献1から新規性を有さない。

文献1には、 $G=3.66\text{K/mm}$ という大きな温度勾配を設け、F/G臨界値付近で単結晶を引き上げるシリコンウェーハの製造方法が記載されており、高品質なウェーハが得られていることから、固液界面が融液に対して上に凸の形状に制御されているものと推認される。

(請求の範囲6, 7)

請求の範囲6, 7に記載された発明は、国際調査報告書に引用された文献1から新規性を有さない。

文献1には、OSFの観察されないシリコンウェーハが製造されることが記載されている。

(請求の範囲8, 9)

請求の範囲8, 9に記載された発明は、国際調査報告書に引用された文献1, 2より進歩性を有しない。

文献1と2の発明は、高品質なシリコンウェーハを得るという点で同一の技術課題を有する。文献1記載のF/Gを制御して製造されたシリコンウェーハにおいて、その共通する技術課題を解決するために、文献2に記載のウェーハに熱処理を施すという手段を適用することは当業者であれば容易に想到し得たものである。

(請求の範囲10-16)

請求の範囲10-16に記載された発明は、国際調査報告書に引用された文献1から新規性を有さない。

文献1には、冷却筒を具備するシリコンウェーハの製造装置が記載されており、当該冷却筒が本発明の「クーラ」に相当する。

(請求の範囲17, 18)

請求の範囲17, 18に記載された発明は、国際調査報告書に引用された文献1から新規性を有さない。

文献1には、低欠陥シリコンウェーハが記載されており、当該ウェーハは請求の範囲17, 18の規定を満たすものである。

補充欄

いずれかの欄の大きさが足りない場合

第 V 欄の続き

(請求の範囲19, 20)

請求の範囲19, 20に記載された発明は、国際調査報告書に引用された文献3から新規性を有さない。

文献3には、炭素濃度が $1 \times 10^{15}/\text{cm}^3$ である無欠陥シリコンウェーハ及びその製造方法が記載されている。

(請求の範囲21)

請求の範囲21に記載された発明は、国際調査報告書に引用された文献4から新規性を有さない。

文献4には、所望の位置に設定可能な輻射スクリーンを具備する引上げ装置が記載されており、請求の範囲21の装置と文献4記載の装置は、物の発明として同一のものである。

明細書

シリコンウェーハの製造方法、その製造装置およびシリコンウェーハ並びにシリコン単結晶の製造方法、シリコン単結晶およびシリコン単結晶の引上げ装置

技術分野

本発明はシリコンウェーハの製造方法およびその製造装置およびシリコンウェーハに関し、特に、ボイド欠陥のサイズ、ボイド欠陥の密度を減らすことができる製造方法、製造装置およびこれらによって製造されたシリコンウェーハに関するものである。また本発明はシリコン単結晶の製造方法およびシリコン単結晶に関し、特に、ボイド欠陥、OSF（酸素誘起積層欠陥）および転位クラスタ（格子間シリコン型転位欠陥）が排除された無欠陥のシリコン単結晶を製造する方法およびこの製造方法によって製造された無欠陥のシリコン単結晶並びに上記無欠陥のシリコン単結晶を引き上げる装置に関するものである。

背景技術

シリコン結晶はCZ（チョクラルスキー法）によって引上げ成長されることによって製造される。引上げ成長されたシリコン結晶のインゴットはシリコンウェーハにスライスされる。半導体デバイスはシリコンウェーハの表面にデバイス層を形成するデバイス工程を経て作成される。

しかしシリコン結晶の成長の過程でグローイン（Grown-in）欠陥（結晶成長時導入欠陥）と呼ばれる結晶欠陥が発生する。

近年、半導体回路の高集積化、微細化の進展に伴い、シリコンウェーハのうちデバイスが作成される表層近くには、こうしたグローイン欠陥が存在することが許されなくなっている。このため無欠陥結晶の製造の可能性が検討されている。

一般にシリコン結晶に含まれデバイスの特性を劣化させる結晶欠陥は、以下の3種類の欠陥である。

a) COP (Crystal Originated Particle) などと呼ばれる、空孔が凝集して生じるボイド（空洞）欠陥。

b) OSF (酸化誘起積層欠陥, Oxidation Induced Stacking Fault)

c) 格子間シリコンが凝集して生じる転位ループクラスタ (格子間シリコン型転位欠陥、I-defect)。

無欠陥のシリコン単結晶とは、上記3種の欠陥のいずれも含まないか、実質的に含まない結晶として認識ないしは定義されている。

上記3種の欠陥の発生挙動は成長条件によって以下のように変化することが知られている。図2を併せ参照して説明する。図2において横軸は、後述する成長条件 $V/G1$ であり、 $G1$ を固定とすれば成長速度 V の関数と考えられる。図2において100A、100B、100C、100D、100Eはシリコン結晶10から取得されるシリコンウェーハ100の面中心と端(エッジ)の間における各種欠陥のサイズと密度を概念的に示している。シリコンウェーハ100の面中心と端は、シリコン結晶10の結晶中心と結晶端(結晶外周)に対応している。

i) 成長速度 V が速い場合には、図2に100A、100Bに示されるように、シリコン結晶10は空孔型点欠陥が過剰となり、ボイド欠陥のみが発生する。

ii) 成長速度 V を減じると、シリコン結晶10の外周付近にリング状にOSF(R-OSF)が発生し、R-OSF部の内側にボイド欠陥が存在する構造となる。

iii) 成長速度 V を更に減じると、リング状のOSF(R-OSF)の半径は減少し、リング状OSF部の外側に欠陥が存在しない領域が、その外側には転位ループクラスタが生じ、R-OSF部の内側にボイド欠陥が存在する構造となる。

iv) さらに成長速度 V を減じると、100Eに示すように、シリコン結晶10全体に転位ループクラスタが存在する構造となる。

上述した現象が起こるのは成長速度 V の減少に伴いシリコン結晶10が空孔型点欠陥過剰な状態から格子間シリコン型点欠陥過剰な状態へと変化するためであると考えられており、その変化はシリコン結晶10の外周部から始まると理解されている。

上記3種の欠陥のうち特にa)のボイド欠陥は、微細化したデバイスで素子分離不良などの原因となるため、その低減が特に必要とされている。

ボイド欠陥は、結晶成長時にシリコン融液から取り込まれた原子空孔(点欠陥)が、結晶冷却中に臨界過飽和度に達することによって凝集して生じるものであり、

その欠陥検出方法によってLPD（レーザ パーティクル ディフェクト）、COP（クリスタル オリジネイティド パーティクル）、FPD（フロー パターン ディフェクト）、LSTD（レーザ スキャタリング トモグラフィ ディフェクト）などと呼ばれる。

現状では図2に100A、100Bに示されるように、シリコン結晶10はボイド欠陥がシリコンウェーハ全面に存在するような領域で作成されている。このシリコン結晶10から取得されたシリコンウェーハ100では、表面にボイド欠陥が顕在化したCOPが存在する。シリコンウェーハ表層の無欠陥の完全性が要求され、特にデバイス線幅がCOPサイズ近くまで微細化が進んだ現在では、COPの低減が必要になっている。

欠陥が存在しないシリコン結晶10を製造すればCOPが存在しないシリコンウェーハが得られる。しかし、そのためのシリコン結晶製造には非常に精密な引上げ制御が必要であり、また生産性も劣るという欠点がある。

ここでデバイス回路が作成される表層付近においてCOPなどのグローイン欠陥を含まないシリコンウェーハを得るための方法の1つに、「エピタキシャル成長によりウェーハ表面に無欠陥層を成長させる」という方法がある。しかしこの方法はエピタキシャル成長層形成の工程が入るためポリッシュドウェーハに比べて製造コストが高くなってしまうという問題がある。また水素やアルゴン雰囲気下でアニールする方法も同様にウェーハ表層付近をCOPなどを含まない無欠陥層とすることができるが、アニールの工程が入るため同様にポリッシュドウェーハに比してコスト高を招く。

デバイスの品質を保証する上で必ずしもCOPの完全除去は必要でなく、そのサイズを一定レベル以下に小さくできればデバイス不良の歩留まりを向上させることができる。つまりCOPサイズをデバイス線幅よりも小さくすれば素子分離する上で問題がなくデバイス不良に与える影響は少ない。具体的にはパーティクルカウンタで測定される約 $0.10\mu\text{m}$ 以上のCOPが問題視されておりその低減が必要であるものの、その大きさより低いサイズのCOPについては影響は小さいことがわかってきている。

以上のように製造コスト、価格の優位性を考慮して完全にCOPを排除するので

はなく、COPが存在するものの通常よりもCOPが微細化されサイズの大きいCOPを減少させたポリッシュドウェーハを製造することが必要になってきている。

ここでボイド欠陥の形成メカニズムについて図1を参照して説明する。図1Aはシリコン融液5から引上げ成長されるシリコン結晶10中の欠陥を概念的に示し、図1Bは図1Aに対応させてシリコン結晶10の軸方向の温度と点欠陥濃度、ボイド欠陥密度との関係を示している。図1Bにおいて C_v はシリコン結晶10中の空孔濃度で、 $C_{v,eq}$ はシリコン結晶10中の空孔の熱平衡濃度である。空孔が過剰に取り込まれた場合、温度の低下に伴い空孔の過飽和度($C_v/C_{v,eq}$)が増加し、臨界値に達したところでボイド欠陥が形成される。

同図1に示すように、シリコン融点(約 1350°C)近傍(～約 1150°C)では空孔過飽和度が臨界値に達していないため点欠陥のままボイド欠陥が形成されないが、空孔過飽和度が臨界値に達するとボイド欠陥が発生し始めボイド欠陥発生温度帯(約 1150°C ～約 1080°C)でボイド欠陥密度が徐々に増加し一定の密度に達する。

このようにボイド欠陥の発生、成長は、結晶成長中にシリコン結晶が受ける熱履歴に強く影響を受ける。特に融点近傍の軸方向温度勾配 G_1 、ボイド欠陥発生温度帯での軸方向温度勾配 G_2 、シリコン結晶10の成長速度 V がボイド欠陥の密度、サイズを制御する重要なパラメータとなる。

ボイド欠陥のサイズ、密度は、結晶引上げ中の熱履歴を表した成長条件 V/G_1 、 $V \cdot G_2$ に影響されることが知られている。このうち成長条件 V/G_1 はボイド欠陥を構成する空孔量に影響し、初期に導入される空孔濃度を決定する。成長条件 $V \cdot G_2$ はボイド欠陥発生温度帯での結晶冷却速度であり、ボイド欠陥の成長に影響する。

成長条件 V/G_1 ($V \cdot G_2$)と点欠陥(空孔)濃度と欠陥種の関係は前掲した図2に示す概念図で表される。

現状では、図2に100A、100Bで示されるように、OSF領域を結晶外周に逃がした比較的空孔濃度の安定した高 V/G_1 の領域で、ボイド欠陥発生温度帯における冷却速度 $V \cdot G_2$ を変化させてボイド欠陥の密度、サイズを制御している(通常条件)。

ボイド欠陥の密度とサイズとの関係は図3に示されるように、概ね逆比例の関係にあり、欠陥サイズは冷却速度 $V \cdot G2$ が大きくなるほど小さくなり、欠陥密度は冷却速度 $V \cdot G2$ が小さくなるほど大きくなる。高 $V/G1$ の領域では、ボイド欠陥を構成する総空孔濃度はほぼ一定であり、 $V/G1$ は殆ど影響せず冷却速度 $V \cdot G2$ だけで100A、100Bに示すように欠陥の密度とサイズが決定される。

しかし $V/G1$ がボイド欠陥領域からOSF領域に変化する臨界値に近い領域では、100C、100Dに示されるように、 $V/G1$ が臨界値に近づき総空孔濃度が低くなるほど、 $V/G1$ の影響によって欠陥サイズを小さくする効果が顕れる（低 $V/G1$ 効果）。すなわちボイド欠陥のサイズは、 $V/G1$ が臨界値に近い領域では、 $V/G1$ が小さいほど $V \cdot G2$ が大きいほど、小さくなる。このメカニズムについて説明する。

ボイド欠陥は、空孔の過飽和度が臨界値を超えてから形成される。総空孔濃度が低い場合には図1Bに一点鎖線で示すように空孔の過飽和度 $C'_{v}/C_{v,eq}$ が臨界値（臨界過飽和度）を超えるときの温度が低くなる。このためボイド欠陥の形成温度が低下するとともにボイド欠陥の成長速度（空孔の凝集速度）が低下してボイドサイズが大きくなる。また空孔過飽和度の解消が遅れ新規にボイドの核が発生する結果、ボイド欠陥密度は増加するがボイド欠陥サイズは大きくなる。

更にシリコンウェーハの性能保証ということを考慮すると、シリコンウェーハ100の径方向（面中心～端）で、ボイド欠陥サイズが小さい状態を均一に作り出すことが必要になる。シリコン結晶10は、その表面から抜熱されるため融点近傍の軸方向温度勾配 $G1$ の径方向分布は結晶中心で小さくシリコン結晶外周にいくに従って大きくなっていく。このため $G1$ が分布差が大きいと、低 $V/G1$ を達成するために成長速度 V を低下させていくだけでは、シリコンウェーハ100の周辺部では $V/G1$ が相対的に低くなり、周辺部でR-OSFが発生したり、ウェーハ面内でボイド欠陥サイズ、ボイド欠陥密度が不均一になることから部分的に欠陥サイズ、密度が増大するおそれがある。

つぎに特許文献に示された従来技術について説明する。

（従来技術1）

特許文献1（特開2001-278692号公報）には、シリコン結晶中心にお

ける成長条件 $V/G1$ 、 $V \cdot G2$ （ただしボイド欠陥発生温度帯通過時間で定義されている）を制御することにより、サイズの大きなCOPを減少させるという発明が記載されている。しかしこの特許文献1では、温度勾配 $G1$ を結晶中心で規定しており、温度勾配 $G1$ の径方向分布については何ら考慮されていない。このため上述したようにウェーハ周辺部でR-O-S-Fが発生したり、ウェーハ面内で部分的に欠陥サイズ、密度が増大するおそれがある。また特許文献1には、成長中のシリコン結晶を急冷する冷却筒を設けて温度勾配 $G1$ を大きくするという技術が記載されている。

（従来技術2）

特許文献2（特開2000-313695号公報）には、成長条件 $V/G1$ の径方向分布（ $\Delta V/G1$ ）を10%以下にして、COPを減少させるという発明が記載されている。しかし後述するように単に成長条件 $V/G1$ の径方向分布（ $\Delta V/G1$ ）というパラメータを制御しただけでは、成長速度 V を一定レベル以上に上げることができない。引上げ速度に限界があることから生産性が損なわれるおそれがある。

（従来技術3）

本出願人に係る特許文献3（特開2001-261495号公報）には、シリコン結晶10とシリコン融液との境界である固液界面の形状によって、臨界値、 $V/G1$ の径方向分布が変化することが記載されている。

ここで上述した従来技術1、2は、固液界面の形状を何ら考慮したものではない。すなわち従来技術1、2において、固液界面の形状を考慮して臨界値、 $V/G1$ の径方向分布の変化を捕らえないと、精度よく欠陥サイズ、密度を制御することができない。

本発明はこうした実状に鑑みてなされたものであり、生産性を損なうことなくボイド欠陥のサイズ、密度を精度よく一定レベル以下に制御できるようにしてデバイス不良の歩留まりを向上させることを第1の解決課題とするものである。

デバイス回路が作成される表層付近においてグローイン欠陥を含まないシリコンウェーハを得るために、従来より、「結晶の成長条件を制御して、無欠陥の単結晶インゴットを製造する」という手法が試みられ、下記に示すように特許公報により公知となっている。

(従来技術 4)

特許文献 4 (特開平 8-330316 号公報) には、「結晶の成長条件を制御して、無欠陥の単結晶インゴットを製造する」という上記 1) の方法が開示されている。すなわち結晶中の空孔や格子間シリコンが過剰とならないように成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を制御して、欠陥を含まない結晶を製造するという発明が記載されている。

すなわちこの特許文献 4 には、 $R-O-S-F$ 部と転位ループクラスタ発生領域との間に無欠陥 (3 種の欠陥のいずれも含まない) 領域が存在することが記載されている。無欠陥領域は、空孔過剰状態から格子間シリコン過剰状態への遷移領域に対応し、いずれの欠陥も発生し得る過剰量に達していないニュートラル状態に対応する。そこで、結晶の引上げ速度を V (mm/min) とし、シリコンの融点から 1300°C の間の軸方向の結晶内の温度分布の平均を G ($^{\circ}\text{C}/\text{mm}$) としたとき、これらの比 V/G が $0.20 \sim 0.22 \text{ mm}^2/^{\circ}\text{Cmin}$ となるように制御して結晶を引き上げれば、上述したニュートラルな状態を結晶全体において実現できるとしている。

ここで、上記条件に従えば、 G が半径方向に均一であるとする、例えば $G = 3.0^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ のとき、引上げ速度 V を、 $0.63 \pm 0.03 \text{ mm/min}$ にコントロールすればよいことになる。この制御を実現するのは工業的に不可能なことではない。

しかし、これは原理上の引上げ速度 V の最大許容幅を意味するに過ぎない。その理由は、通常、 G は半径方向に一様ではないからである。 G が変化することを想定すると引上げ速度 V の許容幅は著しく減少し、 G の半径方向での変化が 10% に達したとき、引上げ速度 V の許容幅はゼロとなる。このことは、 G の僅かな均一性の低下でも引上げ速度 V の変化は許容されず上記範囲内に成長条件 V/G を収めることは非常に困難であることを意味する。また V/G は結晶成長中において動的に変化する。このため成長条件 V/G を許容幅内に収める制御が難しく、無欠陥の結晶の取得率が悪くなり、結晶の製造コストが高コストとなる。したがって実質的には、無欠陥結晶を工業的に安定して製造することは不可能である。

(従来技術 5)

特許文献5（特開平11-199387号公報）では、上述したニュートラルな無欠陥領域にも、空孔の優位な無欠陥領域と格子間シリコンが優位な無欠陥領域の2種類があることに着目し、格子間シリコン優位な無欠陥結晶の製造方法を提案している。特許文献2では、Gの結晶の半径方向での変化が、 G_{max} を最大値、 G_{min} を最小値として $(G_{max} - G_{min}) / G_{min} < 20\%$ の範囲内に収まる成長条件であれば、無欠陥結晶が引き上げられるとしているが、この成長条件も実質的には許容幅が狭く、上述した従来技術4と同様に実質的には無欠陥結晶の工業的な製造は不可能であると考えられる。

（従来技術6）

特許文献6（特開平11-79889号公報）では、上述したニュートラルな無欠陥領域を結晶全体にわたり実現するために、固液界面の形状を平滑な状態、つまり固液界面の各部の高さを平均高さの $\pm 5\text{ mm}$ 以内に収めるように結晶を引き上げることが提案している。また平滑な形状の固液界面を得るには、融液への磁場印加が有効であり、特に水平磁場2000ガウス以上であればよいとしている。固液界面の形状をこのように平滑にすることによって、Gが均一となり、結晶の端部におけるGを G_{edge} 、結晶の中央におけるGを G_{center} とすると、 $G_{edge} - G_{center} < 0.5^\circ \text{ C/mm}$ というGが一定の均一範囲内に収まり、無欠陥結晶が得られるとしている。

しかし固液界面を平滑にすることが直ちにGが均一になることを意味するわけではなく、固液界面を平滑に制御することで無欠陥結晶を工業的に製造することは不可能であると考えられる。

（従来技術7）

特許文献7（特開2000-159594号公報）では、上述したニュートラルな無欠陥領域を結晶全体にわたり実現するために、 V/G が $0.16 \sim 0.18 \text{ m}^2/^\circ \text{ Cmin}$ となり、かつ $G_{edge}/G_{center} < 1.10$ となるように制御して結晶を引き上げることが提案している。

しかし、この成長条件も実質的には許容幅が狭く、無欠陥の結晶の取得率が悪く、高コストになるおそれがある。

（従来技術8）

本発明者らに係る特許文献3では、固液界面の結晶中心における高さ、結晶の周辺位置における高さとの差と、固液界面近傍での結晶外周部の軸方向温度勾配という2つの指標を調整することによって無欠陥の結晶を製造することを提案している。この特許文献3によって、従来まちまちな指標で示されてきた無欠陥結晶の育成条件が上記2つの指標により統一的に整理され、また無欠陥結晶を最も容易に育成できる成長条件を見いだすことが可能になった。

しかし最適な育成条件においても成長条件 V/G の許容幅は狭いということも明らかにしている。その狭い許容幅の範囲に成長条件 V/G を制御することは不可能ではないが、無欠陥の結晶の取得率が悪く高コストとなることは避けられない。

以上のように上述した従来技術4～8のいずれも、無欠陥の結晶を得るために、成長速度 V と固液界面近傍の軸方向温度勾配 G との比 V/G を極めて狭い許容幅内で制御するというものであり、結晶成長中に V/G が動的に変化することもあいまって、制御が困難で、無欠陥の結晶の取得率は悪く、結晶の製造コストは高コストになり、実質的に無欠陥のシリコン単結晶を工業的に安定して製造することは不可能であった。

一方において、多結晶シリコン原料を溶融している工程で、炭素が融液に取り込まれ、引上げられるシリコン単結晶中の炭素濃度が増加するという問題が従来より指摘されている。シリコン単結晶中の炭素濃度が高濃度になると、それによって製造される半導体デバイスの電気的特性に悪影響を与えるとともに、結晶欠陥の原因にもなる。

CZ法で育成されるシリコン単結晶中に炭素が含まれる主要な原因はつぎの2つであると考えられている。

1) 図25に示すように石英るつぼ103aとこれを覆い保持する黒鉛るつぼ103bとの反応によってCOガス112が生じ、COガス112がシリコン融液105に接触することで炭素が融液105に供給される。

2) 高温に加熱されたCZ炉102内のヒータ109等の黒鉛部材と雰囲気中の微量な酸素との反応によってCOガス112が生じ、COガス112がシリコン融液105に接触することによって炭素が融液105に供給される。

CZ炉102内の部材には、ヒータ109等の黒鉛部材が多用されており、これ

ら黒鉛部材は高温に晒されている。このためCZ炉102内でのCOガス112の発生は避けられない。この結果引き上げられるシリコン単結晶中にはある程度の量の炭素が含まれることになる。シリコンウェーハを熱処理したときに生じる酸素析出物の密度は、炭素濃度に依存して増加することが知られている。炭素濃度が $1 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ を上回ると、上述した炭素濃度依存の効果が顕著となるため、従来よりシリコン単結晶中の炭素濃度を $1 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下に制御する方法が提案されている。また近年、より精密な酸素析出制御が要求されるようになってきているため、さらに低炭素化するための技術が提案されている。

シリコン単結晶中の炭素濃度を低減することに関する従来技術として以下に示すものがある。

(従来技術9)

特許文献8(特開昭53-45679号公報)には、黒鉛部材からなるるつぼ103b、ヒータ109、シールド(熱遮蔽体108)等にSiC(シリコンカーバイド)を被覆することによってCOガス112の発生を防止して、シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させるという技術が記載されている。

(従来技術10)

特許文献9、10、11、12、13(特開昭54-119375号公報、特開昭56-21758号公報、特開昭63-319288号公報、特開平2-172884号公報、特開平6-16490号公報)には、CZ炉102内にパージチューブを設けてアルゴンガス107の流量を増やして、COガス112を融液105に向かわせることなく効率的にCZ炉102の外に排気する技術が記載されている。

すなわち、CZ炉102内にパージチューブを新設することによって、黒鉛部材からなるるつぼ103b、ヒータ109等から発生するCOガス112がシリコン融液105側に流れて触れることを、パージガスの流れにより有効に防止して、シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させるというものである。

(従来技術11)

特許文献14(特開平6-56572号公報)には、CZ炉102内に「るつぼ頂部隔壁手段」を新設して、これにより最も黒鉛部材が高温となりCOガス112

の発生が甚だしい原料シリコンの溶融工程において、炉内雰囲気と、原料が収容されたるつぼ103a内の雰囲気とを遮蔽して、シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させるという技術が記載されている。

(従来技術12)

特許文献15、16(特開平5-319976号公報、特開平7-89789号公報)には、CZ炉102内の黒鉛部材を、SiC、TiC、NbC、TaC、ZrC、BNのいずれかで被覆するとともに、COガス112を排気する専用の通路、排出口を新設して、これによりパージガスの流れを制御し、黒鉛部材からなるるつぼ103b、ヒータ109等から発生するCOガス112がシリコン融液105側に流れて触れることを防止し、シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させるという技術が記載されている。また、この装置構成により、炭素濃度が 1×10^{14} atoms/cm³にまで低減できると記載されている。

しかし、上述した従来技術9~12のいずれも、CZ炉の部材を新たに被覆したり、パージチューブ、通路、排出口、「るつぼ頂部隔壁手段」を新設したりする必要があり、CZ炉を製造するにあたり製造工数が増加するとともに、部品点数が増加して、高コスト化を招く。

(従来技術13)

なお非特許文献1(A.J.R.de kock and W.M.van de Wijgert, Journal of Crystal Growth vol.49(1980)718)には、シリコン単結晶中の炭素濃度が高いほど格子間シリコンに関連する欠陥(B欠陥という)の発生が促進されると記載されている。

しかし、B欠陥の実体およびB欠陥と転位クラスタ(A欠陥と呼ばれることがある)との関係は、現在も明らかになっていない。また炭素濃度と転位クラスタとの関係についても記載されていない。

そこで、本発明は、上述した従来技術4~8の問題点を解決すべくなされたものであり、無欠陥の結晶が得られる成長条件V/Gの許容幅を拡大して、たとえ結晶成長中にV/Gが動的に変化したとしても、成長条件V/Gの制御を容易ならしめ、無欠陥の結晶の取得率を向上させて、結晶の製造コストを低減して、無欠陥のシリコン単結晶を工業的に容易かつ安定して製造することを可能にすることを、第2の解決課題とするものである。

また本発明は、上記第2の解決課題を達成することに加えて、上述した従来技術9～12の問題点を解決すべくなされたものであり、CZ炉の部材を被覆したり新たに部材を新設することなく既存の部材を有効に利用することによって、低炭素化を図るようにして、引上げ装置の製造コストを低減することを第3の解決課題とするものである。

発明の開示

第1発明は、

シリコン融液からシリコン結晶を引上げ成長させ、引き上げ成長されたシリコン結晶からシリコンウェーハを取得するようにしたシリコンウェーハの製造方法において、

シリコン結晶の融点近傍での軸方向温度勾配 $G1$ を大きくさせ、シリコン結晶引上げ中の融液とシリコン結晶との境界である固液界面を融液面に対して上に凸の形状にした状態で、成長条件 $V/G1$ (V :成長速度、 $G1$:シリコン結晶の融点近傍での軸方向温度勾配)を臨界値近傍まで低下させて、

シリコン結晶を引上げ成長させること

を特徴とする。

第2発明は、第1発明において、

クーラによってシリコン結晶を冷却することにより、成長速度 V が V_{\max} (シリコン結晶が変形せずに成長できる限界成長速度)の97%～75%の範囲で前記固液界面を融液面に対して上に凸の形状にした状態で、成長条件 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させて、

シリコンウェーハ全面においてOSF (酸化誘起積層欠陥)の領域が存在しないシリコン結晶を引上げ成長させること

を特徴とする。

第3発明は、第1発明において、

クーラによってシリコン結晶を冷却することにより、シリコン結晶の融点近傍での軸方向温度勾配 $G1$ を大きくさせた状態で成長条件 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させること

を特徴とする。

第4発明は、第1発明において、

シリコン融液に磁場を印加することにより、前記固液界面を融液面に対して上に凸の形状にすること

を特徴とする。

第5発明は、第1発明において、

クーラによってシリコン結晶を冷却するとともに、シリコン結晶の回転数またはシリコン融液を収容するつぼの回転数を調整することにより、前記固液界面を融液面に対して上に凸の形状にすること

を特徴とする。

第6発明は、

シリコン融液からシリコン結晶を引上げ成長させ、引き上げ成長されたシリコン結晶からシリコンウェーハを取得するようにしたシリコンウェーハの製造方法において、

クーラによってシリコン結晶を冷却することにより、シリコン結晶の融点近傍での軸方向温度勾配 $G1$ を大きくさせた状態で、成長条件 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させて、

シリコンウェーハの面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側10mmまでの領域においてOSF（酸化誘起積層欠陥）の領域が存在しないシリコン結晶を引上げ成長させること

を特徴とする。

第7発明は、第6発明において、

シリコン結晶中の酸素濃度が $12.5 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ （1979年ASTM）以下に制御されること

を特徴とする。

第8発明は、第6発明において、

シリコンウェーハでOSF核がOSFに顕在化しないように、シリコンウェーハに1000°C以上の熱処理を施すこと

を特徴とする。

第9発明は、第6発明において、

シリコンウェーハでOSF核がOSFに顕在化しないように、かつシリコンウェーハ表層でボイド欠陥が消滅するように、シリコンウェーハに非酸化性雰囲気中で1000°C以上の熱処理を施すことを特徴とする。

第10発明は、

シリコン融液からシリコン結晶を引上げ機構によって引上げ成長させ、引き上げ成長されたシリコン結晶からシリコンウェーハを取得するようにしたシリコンウェーハの製造装置において、

前記シリコン融液の上方に、シリコン結晶を冷却するクーラが設けられ、

前記引上げ機構によるシリコン結晶引上げ速度と、前記クーラの冷却量を調整することにより、

シリコン結晶の融点近傍での軸方向温度勾配G1を大きくさせ、シリコン結晶引上げ中の融液とシリコン結晶との境界である固液界面を融液面に対して上に凸の形状にした状態で、成長条件V/G1 (V:成長速度、G1:シリコン結晶の融点近傍での軸方向温度勾配)を臨界値近傍まで低下させて、

シリコン結晶を引上げ成長させること

を特徴とする。

第11発明は、第10発明において、

クーラによってシリコン結晶を冷却することにより、成長速度Vが V_{max} (シリコン結晶が変形せずに成長できる限界成長速度)の97%~75%の範囲で前記固液界面を融液面に対して上に凸の形状にした状態で、成長条件V/G1を臨界値近傍まで低下させて、

シリコンウェーハ全面においてOSF (酸化誘起積層欠陥)の領域が存在しないシリコン結晶を引上げ成長させること

を特徴とする。

第12発明は、

シリコン融液からシリコン結晶を引上げ成長させ、引き上げ成長されたシリコン結晶からシリコンウェーハを取得するようにしたシリコンウェーハの製造装置に

において、

前記シリコン融液の上方に、シリコン結晶を冷却するクーラが設けられ、
前記引上げ機構によるシリコン結晶引上げ速度と、前記クーラの冷却量を調整することにより、

シリコン結晶の融点近傍での軸方向温度勾配 $G1$ を大きくさせた状態で、成長条件 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させて、

シリコンウェーハの面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側 10 mm までの領域において OSF (酸化誘起積層欠陥) の領域が存在しないシリコン結晶を引上げ成長させること

を特徴とする。

第 13 発明、第 14 発明は、第 10 発明または第 12 発明において、

前記クーラは、シリコン融液から 30 mm ~ 500 mm の距離に、シリコン結晶を囲むように配置されていること

を特徴とする。

第 15 発明、第 16 発明は、第 10 発明または第 12 発明において、

前記シリコン融液の上方に、熱遮蔽板が設けられ、当該熱遮蔽板の下端とシリコン融液表面との間隙のギャップが、20 mm ~ 100 mm に設定されていることを特徴とする。

第 17 発明は、

シリコン融液から引上げ成長されることによって取得されたシリコンウェーハであって、

シリコンウェーハ全面において OSF (酸化誘起積層欠陥) の領域が存在せず、シリコンウェーハ全面における平均ボイド欠陥密度が $5 \times 10^6 / \text{cm}^3$ 以下でって、シリコンウェーハ全面における平均ボイド欠陥サイズが 100 nm 以下であるシリコンウェーハであることを特徴とする。

第 18 発明は、

シリコン融液から引上げ成長されることによって取得されたシリコンウェーハであって、

シリコンウェーハの面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側 10 mm

までの領域においてOSF（酸化誘起積層欠陥）の領域が存在せず、シリコンウェーハの面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側10mmまでの領域における平均ボイド欠陥密度が $5 \times 10^6 / \text{cm}^3$ 以下であって、平均ボイド欠陥サイズが100nm以下であるシリコンウェーハであることを特徴とする。

第1発明、第2発明、第3発明、第4発明、第5発明、第10発明、第11発明、第13発明、第14発明、第15発明、第16発明では、ウェーハ面内にOSF領域が存在しないシリコンウェーハが製造される。

本発明では、引上げ機構4によるシリコン結晶10の引上げ速度Vを調整するとともに、クーラ30の冷却量を調整して、シリコン結晶10の融点近傍での軸方向温度勾配G1を大きくさせ、成長速度Vが V_{max} （シリコン結晶が変形せずに成長できる限界成長速度）の97%～75%の範囲で固液界面を融液面に対して上に凸の形状にした状態で、成長条件V/G1を臨界値近傍まで低下させて、シリコン結晶10が引上げ成長される。なおクーラ30の冷却量を調整することに加え必要に応じてシリコン結晶回転数S/R、るつぼ回転数C/Rが調整されて固液界面が融液面に対して上に凸の形状にされる。またクーラ30の冷却量を調整する代わりに磁場をシリコン融液に印加することで固液界面が融液面に対して上に凸の形状にされる。

クーラ30でシリコン結晶10を冷却することでG1が増加し、V/G1を臨界値近傍まで低下させたときの速度Vを V_{max} の75%以上に高く維持することができ（図10）。図10は、直径200mmのシリコン結晶10の成長速度と固液界面形状の関係を示したものである。この図10で V_{max} は1.48mm/minに相当し、 V_{max} の75%のVの値は1.11mm/minに相当する。ただしボイド欠陥サイズの縮小効果を得るために引き上げ速度Vは、OSFを発生させない下限速度（ V_{max} の75%）近傍の低速にすることが望ましい（図12）。低速とはいえクーラ30のない通常の引上げ条件でOSFを発生させない下限引上げ速度（0.76mm/min：図8）と比較しても十分高速であり、生産性が劣ることはない。

本発明によれば、固液界面を融液面に対して上に凸の形状にした状態で、成長条件V/G1を臨界値近傍まで低下させているので、図7Cと同様にウェーハ面内でのV/G1の径方向分布が一定レベル以上に均一になりウェーハ面内でOSFを発生

させないようにすることができるとともに、低 $V/G1$ 効果によりボイド欠陥のサイズ、密度を縮小することができる。しかも速度 V は通常条件より高く維持されているので $V \cdot G2$ が大きくなり、高 $V \cdot G2$ 効果により欠陥サイズを更に小さくすることができる（図3参照）。このため図2に100Dで示すシリコンウェーハが得られ、シリコンウェーハ100Dの全面にわたるボイド欠陥のサイズ、密度を図5に斜線に示すレベルまで小さくすることができる。図2でシリコンウェーハ100Dの図中横幅が通常条件で得られるシリコンウェーハ100A、100Bの横幅よりも狭くなっているのは、ウェーハ面内で $V/G1$ が均一化され、ボイド欠陥サイズ、密度がウェーハ面内で均一に縮小されていることを示している。

しかも本発明では、クーラ30を用いて固液界面を上凸形状にしたので、水平磁場印加で同様のことを達成する場合と比較して装置コストを低く抑えることができる。

第6発明、第7発明、第8発明、第9発明、第12発明、第13発明、第14発明、第15発明、第16発明では、シリコンウェーハの面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側10mmまでの領域においてOSFが存在しないシリコンウェーハが製造される。

本発明では、引上げ機構4によるシリコン結晶10の引上げ速度 V を調整するとともに、クーラ30の冷却量を調整して、シリコン結晶の融点近傍での軸方向温度勾配 $G1$ を大きくさせた状態で、成長条件 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させて、シリコン結晶10が引上げ成長される。

本発明によればクーラ30でシリコン結晶10を冷却することで $G1$ が増加し、 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させたときの速度 V を高く維持することができる。ただしシリコン結晶10の外周部にOSF領域が発生することを許容しているため図10に示すように固液界面はやや下に凸の形状になるとともに、図12に示すように引上げ速度 V は V_{max} の70%程度となりOSF領域の存在を許容しない場合よりも低くなる。このため引上げ速度 V の更なる低下によりボイド欠陥サイズの縮小効果が一層高まる。低速とはいえ通常の引上げ条件でOSFを発生させない下限引上げ速度（0.76mm/min：図8）と同程度のレベルであり、生産性が劣ることはない。

本発明によれば、 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させているので低 $V/G1$ 効果が得られ、ボイド欠陥のサイズ、密度を縮小することができる。しかも速度 V は通常条件と同レベルに高く維持されているので $V \cdot G2$ が大きくなり、高 $V \cdot G2$ 効果により欠陥サイズを更に小さくすることができる（図3参照）。このため図2に100°Cで示すシリコンウェーハが得られ、シリコンウェーハ100°Cの面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側10mmまでの領域において、ボイド欠陥のサイズ、密度を図5に斜線に示すレベルまで小さくすることができる。

図2でシリコンウェーハ100°Cの図中横幅が通常条件で得られるシリコンウェーハ100A、100Bの横幅よりも狭くなっているのは、ウェーハ面内で $V/G1$ が均一化され、ボイド欠陥サイズ、密度がウェーハ面内で均一に縮小されていることを示している。

第17発明は、第1発明、第2発明、第3発明、第4発明、第5発明、第10発明、第11発明、第13発明、第14発明、第15発明、第16発明の製造方法、製造装置によって製造されたシリコンウェーハである。本発明のシリコンウェーハ100Dは面中心～端のシリコンウェーハ全面においてOSF領域が存在しないように製造される。図5の斜線で示される領域は、本発明のシリコンウェーハ100Dの全面における平均ボイド欠陥密度、平均ボイド欠陥サイズの範囲を示している。本発明のシリコンウェーハ100Dはウェーハ全面における平均ボイド欠陥密度が $5 \times 10^6 / \text{cm}^3$ 以下となり、平均ボイド欠陥サイズが100nm以下となる。

第18発明は、第6発明、第7発明、第8発明、第9発明、第12発明、第13発明、第14発明、第15発明、第16発明の製造方法、製造装置によって製造されたシリコンウェーハである。本発明のシリコンウェーハ100Cはシリコンウェーハの面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側10mmまでの領域においてOSF領域が存在しないように製造される。図5の斜線で示される領域は、本発明のシリコンウェーハ100CのR-OSFの内側領域における平均ボイド欠陥密度、平均ボイド欠陥サイズの範囲を示している。本発明のシリコンウェーハ100CはR-OSFの内側領域における平均ボイド欠陥密度が $5 \times 10^6 / \text{cm}^3$ 以下となり、平均ボイド欠陥サイズが100nm以下となる。

第19発明は、第2の解決課題を達成するための製造方法であり、

炭素の濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下とし、成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を調整することによって、ボイド欠陥、OSF (酸素誘起積層欠陥) および転位クラスタ (格子間シリコン型転位欠陥) を排除した無欠陥のシリコン単結晶を製造する方法であることを特徴とする。

第20発明は、第2の解決課題を達成するためのシリコン単結晶であり、

炭素の濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の範囲で、成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を調整することによって、製造されてなる、ボイド欠陥、OSF (酸素誘起積層欠陥) および転位クラスタ (格子間シリコン型転位欠陥) が排除された無欠陥のシリコン単結晶であることを特徴とする。

第21発明は、第3の解決課題を達成するためのシリコン単結晶引上げ装置であり、

上方よりキャリアガスが供給され下方より排気される単結晶引上げ用チャンバと、前記単結晶引上げ用チャンバ内に設けられ、原料が供給されて原料を溶融するつぼと、前記つぼの上方に配置されキャリアガスを前記つぼ内の融液表面に導く熱遮蔽体とが備えられ、前記つぼ内の融液からシリコン単結晶を引き上げるようにしたシリコン単結晶の引上げ装置において、

前記熱遮蔽体を、昇降自在とし、

引き上げられるシリコン単結晶内の炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下となる位置に、前記熱遮蔽体を位置決めするとともに、

引き上げられるシリコン単結晶からボイド欠陥、OSF (酸素誘起積層欠陥) および転位クラスタ (格子間シリコン型転位欠陥) が排除されるように、成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を調整しつつ、シリコン単結晶を引き上げること

を特徴とする。

本発明の知見は、シリコン単結晶に含まれる炭素濃度を従来のレベルの濃度よりも低下させると、転位クラスタの発生が抑制されることを見いだした点と、ある一定レベル以下に低減すると転位クラスタの発生が急激に抑制され無欠陥結晶が得られる成長条件 V/G の許容幅が急激に拡大される点を見いだした点にある。

上記従来技術13との関連でいえば、従来技術13にはB欠陥の発生が炭素濃度

に依存する点のみが示唆されているが、本発明の知見は、B欠陥が転位クラスタ発生の前駆体であり、シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させることでB欠陥の発生が抑制されこれにより転位クラスタの発生が抑制されて、無欠陥結晶が得られる成長条件V/Gの許容幅が拡大されることを見いだした点にある。

本発明は図21に示される。図21の横軸はシリコン単結晶中の炭素濃度(atoms/cm³)であり、縦軸は炭素無添加結晶におけるV/Gの臨界値(V/G)₀で規格化した成長条件V/Gを示す。

同図21に示すようにシリコン単結晶中の炭素濃度が 3×10^{15} atoms/cm³以下になると、無欠陥で結晶を製造できる範囲(無欠陥領域)が急激に拡大することがわかる。それによって縦軸の無欠陥の結晶が得られる成長条件V/Gの許容幅が拡大されることになり、たとえ結晶成長中にV/Gが動的に変化したとしても、成長条件V/Gの制御が容易となり、無欠陥の結晶の取得率が向上し、結晶の製造コストが低減する。この結果、無欠陥のシリコン単結晶を工業的に容易かつ安定して製造することが可能になる。シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させる手段、手法は、上述した従来技術9~12を適用してもよく、本明細書に開示された技術を適用してもよい。

特に第21発明では、図28に示すように、CZ炉102に既存の熱遮蔽体108を利用して炭素濃度の低減が図られる。

すなわち熱遮蔽体108が、その上端がCZ炉102の内壁に接触する位置Aに位置される。

熱遮蔽体108がA位置に位置決めされると、アルゴンガス107がCOガス112とともに、熱遮蔽体108の外側から熱遮蔽体108の上端、内側を介して融液105に向かう流れ、つまり熱遮蔽体108の回りを上下方向に回流する流れは形成されなくなる。すなわちアルゴンガス107は整流され、CZ炉102内で生成されたCOガス112をのせて、CZ炉102の上方から熱遮蔽体108の下方、ヒータ109と黒鉛るつぼ103bとの間を介してCZ炉102の下方より効率よく排気される。このようにアルゴンガス107が整流されることによって、CZ炉102の上部に漂うCOガス112のみならず石英るつぼ103aと黒鉛るつぼ103bとの反応で発生したCOガス112も下方に向かって効率よく排気さ

れるため、溶解中に融液 105 に取り込まれる炭素の量が図 29 の場合と比較して格段に減少する。これにより、引き上げられるシリコン単結晶内の炭素濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下まで低減することができる。

なおアルゴンガス 107 の整流作用によってガスが効率的に排気されるため、CZ 炉 102 内のシリコンアモルファス等の不純物も炉外に効率よく排出され、炉内の汚染を従来よりも低減できるという副次的な効果も得られる。

また熱遮蔽体 108 を CZ 炉 102 の内壁に接触させた位置 A に位置させているので、ガス流によって熱遮蔽体 8 が揺動することが抑制され、安定したガスの流れが形成される。

引き上げの工程では、引き上げられるシリコン単結晶からボイド欠陥、OSF（酸素誘起積層欠陥）および転位クラスタ（格子間シリコン型転位欠陥）が排除されるように、成長条件 V/G （ V ：成長速度、 G ：結晶の軸方向温度勾配）を調整しつつ、シリコン単結晶が引き上げられる。このとき図 21 に示すように、シリコン単結晶中の炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下になっており、無欠陥の結晶が得られる成長条件 V/G の許容幅が拡大している。このため、たとえ結晶成長中に V/G が動的に変化したとしても、成長条件 V/G の制御を容易に行うことができる。

第 21 発明によれば、単結晶引き上げ装置 101 に既存の熱遮蔽体 108 を利用し、その位置決めを行うだけで、シリコン単結晶中の炭素濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下にまで低減することができる。このため従来技術 9～12 と比較して、単結晶引き上げ装置 101 自体の製造コストを減らすことができるとともに、シリコン単結晶中の炭素濃度を安定して低くすることができる。

また本発明としては、熱遮蔽体 108 を CZ 炉 102 の内壁に接触する位置 A まで上昇させ、必ずしも完全に内壁に接触させる必要はなく、図 28 と同様なガスの流れが実現できるのであれば、熱遮蔽体 108 の上端と CZ 炉 102 の内壁とが近接（0～30 mm 程度）した状態になっていたとしてもよい。

また炭素濃度を定めるパラメータには、熱遮蔽体 108 の位置以外にるつぼ位置 C/P があり、るつぼ位置 C/P を変化させることで、炭素濃度を制御することができる。図 33 の水準④に示すように（熱遮蔽体 108 の位置が A、るつぼ位置 C/P が -100 mm）、るつぼ位置 C/P をマイナス、つまり黒鉛るつぼ 103b の

上端をヒータ 109 の上端よりも下方に位置させることで、シリコン単結晶中の炭素濃度を更に低くすることができる。

また炭素濃度を定めるパラメータには、熱遮蔽体 108 の位置以外にアルゴンガス 107 の流量があり、アルゴンガス 107 の流量を変化させることで、炭素濃度を制御することができる。アルゴンガス 107 の流量を増加させることで、シリコン単結晶中の炭素濃度を更に低下させることができる。

または本発明は、溶融工程のうちゲートバルブ 111 が閉じられた状態のときに、図 28 ないしは図 33 (水準④) ないしは図 30 (水準①) で示される位置に、熱遮蔽体 108、るつぼ 103 a、103 b を位置決めすることが望ましいが、溶融工程のうちゲートバルブ 111 が閉じられていない状態のときに、図 28 ないしは図 33 (水準④) ないしは図 30 (水準①) で示される位置に、熱遮蔽体 108、るつぼ 103 a、103 b を位置決めしてもよい。さらに溶融工程以外の工程で、同様に位置決めを行うようにしてもよい。

図面の簡単な説明

図 1 は欠陥形成メカニズムを概念的に示す図である。

図 2 は欠陥種と点欠陥（空孔、格子間シリコン）濃度の関係を示す図である。

図 3 は冷却速度とボイド欠陥密度およびボイド欠陥サイズとの関係を示す図である。

図 4 は従来技術を説明する図で、 $V/G1$ と通過時間との関係を示す図である。

図 5 はボイド欠陥密度とボイド欠陥サイズの関係を示す図である。

図 6 は 1100°C での冷却速度とボイド欠陥サイズとの関係を示す図である。

図 7 A、B、C はシリコンウェーハの径方向各位置と $V/G1$ との関係を示す図である。

図 8 は通常条件での引上げ速度と固液界面形状、OSF 発生速度との関係を説明する図である。

図 9 は水平磁場を印加した条件での引上げ速度と固液界面形状、OSF 発生速度との関係を説明する図である。

図 10 はクーラを設置した条件での引上げ速度と固液界面形状、OSF 発生速度

との関係を説明する図である。

図11はクーラを設置した条件でOSFが発生しない下限速度を説明する図である。

図12はクーラを設置条件での引上げ速度比と結晶中心部におけるボイド欠陥サイズとの関係を示す図である。

図13A、B、Cは実施形態の効果を説明する図で、引上げ速度と結晶中心部におけるボイド欠陥サイズとの関係を示す図である。

図14A、B、C、Dはクーラ設置条件での引上げ速度比とOSF領域の有無、ウェーハ1枚当たりのLPD数のヒストグラムとの対応を示す図である。

図15は実施形態の製造装置を示す図である。

図16は固液界面を説明する図である。

図17は従来のCOP低減方法と本発明による方法とを比較した図である。

図18はシリコン結晶回転数を変化させたときの固液界面の形状の変化を示す図である。

図19はるつぼ回転数を変化させたときの固液界面の形状の変化を示す図である。

図20は図8とは異なる直径のシリコン結晶について、引上げ速度と固液界面形状との関係を説明する図である。

図21は炭素濃度と成長条件とに対応させて欠陥種の分布を表したグラフである。

図22は成長速度(引上げ速度)と結晶の中心からの距離とに対応させて欠陥種の分布を表したグラフであり、炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ の場合のグラフである。

図23は成長速度(引上げ速度)と結晶の中心からの距離とに対応させて欠陥種の分布を表したグラフであり、炭素濃度が $6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$ の場合のグラフである。

図24は各炭素濃度に対応させて各欠陥種が変化する境界における $(V/G)/(V/G)_0$ 値を示した表である。

図25は実施形態の装置構成を示す側面図である。

図 2 6 は熱遮蔽体の斜視図である。

図 2 7 は熱遮蔽体を昇降させる機構を示す図である。

図 2 8 は実施形態のガスの流れを示す図である。

図 2 9 は従来のガスの流れを示す図である。

図 3 0 は水準①の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

図 3 1 は水準②の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

図 3 2 は水準③の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

図 3 3 は水準④の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

図 3 4 は水準⑤の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

図 3 5 は水準⑥の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

図 3 6 は図 3 0 ～図 3 5 の各水準①～⑥に対応させて、熱遮蔽体の位置、るつぼ位置と炭素濃度の低い順位（（１）～（６））を示した表である。

図 3 7 はガス流量とるつぼ位置と炭素濃度との関係を示した表である。

発明を実施するための最良の形態

以下図面を参照して本発明の実施形態について説明する。

図 1 5 は実施形態に用いられるシリコン結晶製造装置の構成の一例を側面からみた図である。

同図 1 5 に示すように、実施形態の単結晶引上げ装置 1 は、単結晶引上げ用容器としての C Z 炉（チャンバ） 2 を備えている。

C Z 炉 2 内には、多結晶シリコンの原料を溶融して融液 5 として収容する石英るつぼ 3 が設けられている。石英るつぼ 3 は、その外側が黒鉛るつぼ 1 1 によって覆われている。石英るつぼ 3 の外側にあって側方には、石英るつぼ 3 内の多結晶シリコン原料を加熱して溶融する主ヒータ 9 が設けられている。石英るつぼ 3 の底部には、石英るつぼ底面を補助的に加熱して、石英るつぼ 3 の底部の融液 5 の固化を防止する補助ヒータ（ボトムヒータ） 1 9 が設けられている。主ヒータ 9、補助ヒータ 1 9 はそれらの出力（パワー；kW）は独立して制御され、融液 5 に対する加熱量が独立して調整される。たとえば、融液 5 の温度が検出され、検出温度をフィードバック量とし融液 5 の温度が目標温度になるように、主ヒータ 9、補助ヒータ 1

9の各出力が制御される。

主ヒータ9とCZ炉2の内壁との間には、保温筒13が設けられている。

石英るつぼ3の上方には引上げ機構4が設けられている。引上げ機構4は、引上げ軸4aと引上げ軸4aの先端のシードチャック4cを含む。シードチャック4cによって種結晶14が把持される。

石英るつぼ3内で多結晶シリコン(Si)が加熱され溶融される。融液5の温度が安定化すると、引上げ機構4が動作し融液5からシリコン結晶10(シリコン単結晶)が引き上げられる。すなわち引上げ軸4aが降下され引上げ軸4aの先端のシードチャック4cに把持された種結晶14が融液5に浸漬される。種結晶14を融液5になじませた後引上げ軸4aが上昇する。シードチャック4cに把持された種結晶14が上昇するに応じてシリコン結晶10が成長する。引上げの際、石英るつぼ3は回転軸110によって回転速度C/Rで回転する。また引上げ機構4の引上げ軸4aは回転軸110と逆方向にあるいは同方向に回転速度S/Rで回転する。

回転軸110は鉛直方向に駆動することができ、石英るつぼ3を上下動させ任意の位置に移動させることができる。

CZ炉2内と外気を遮断することで炉2内は真空(たとえば20 Torr程度)に維持される。すなわちCZ炉2には不活性ガスとしてのアルゴンガス7が供給され、CZ炉2の排気口からポンプによって排気される。これにより炉2内は所定の圧力に減圧される。

単結晶引上げのプロセス(1バッチ)の間で、CZ炉2内には種々の蒸発物が発生する。そこでCZ炉2にアルゴンガス7を供給してCZ炉2外に蒸発物とともに排気してCZ炉2内から蒸発物を除去しクリーンにしている。アルゴンガス7の供給流量は1バッチ中の各工程ごとに設定する。

シリコン結晶10の引上げに伴い融液5が減少する。融液5の減少に伴い融液5と石英るつぼ3との接触面積が変化し石英るつぼ3からの酸素溶解量が増加する。この変化が、引き上げられるシリコン結晶10中の酸素濃度分布に影響を与える。そこで、これを防止するために、融液5が減少した石英るつぼ3内に多結晶シリコン原料または単結晶シリコン原料を引上げ後あるいは引上げ中に追加供給してもよい。

石英るつぼ3の上方にあって、シリコン結晶10の周囲には、略逆円錐台形状の熱遮蔽板8（ガス整流筒）が設けられている。熱遮蔽板8は、保温筒13に支持されている。熱遮蔽板8は、CZ炉2内に上方より供給されるキャリアガスとしてのアルゴンガス7を、融液表面5aの中央に導き、さらに融液表面5aを通過させて融液表面5aの周縁部に導く。そして、アルゴンガス7は、融液5から蒸発したガスとともに、CZ炉2の下部に設けた排気口から排出される。このため液面上のガス流速を安定化することができ、融液5から蒸発する酸素を安定な状態に保つことができる。

また熱遮蔽板8は、種結晶14および種結晶14により成長されるシリコン結晶10を、石英るつぼ3、融液5、主ヒータ9などの高温部で発生する輻射熱から、断熱、遮蔽する。また熱遮蔽板8は、シリコン結晶10に、炉内で発生した不純物（たとえばシリコン酸化物）等が付着して、単結晶育成を阻害することを防止する。熱遮蔽板8の下端と融液表面5aとの間隙のギャップ20の大きさは、回転軸110を上昇下降させ、石英るつぼ3の上下方向位置を変化させることで調整することができる。また熱遮蔽板8を昇降装置により上下方向に移動させてギャップ20を調整してもよい。

シリコン融液5の上方にあって、シリコン融液5から30mm～500mmの距離には、シリコン結晶10を囲むようにシリコン結晶10を冷却するクーラ30が設けられている。

ギャップ20、引上げ軸4aの引上げ速度V、クーラ30の冷却量を調整することによって、後述するように $V/G1$ （V：成長速度、G1：シリコン結晶10の融点近傍での軸方向温度勾配）、 $V \cdot G2$ （V：成長速度、G2：シリコン結晶のボイド欠陥発生温度帯での軸方向温度勾配）、成長速度V、シリコン結晶10の融点近傍での軸方向温度勾配G1、シリコン結晶10の融点近傍での軸方向温度勾配G1の径方向分布の各パラメータが制御される。

また引上げ中に、るつぼ回転数C/R、引上げ軸回転数S/R、アルゴンガス流量、炉内圧等を調整することによって、シリコン結晶10中の酸素濃度（atoms/cm³）が制御される。

図15の装置によって製造されたシリコン結晶10のインゴットは切断装置に

よって切断されて、シリコンウェーハ100が採取される。

(第1の実施形態)

図2に示す100Dは、第1の実施形態のシリコンウェーハを示している。実施形態のシリコンウェーハ100Dは面中心～端のシリコンウェーハ全面においてOSF領域が存在しないように製造される。

図5の斜線で示される領域は、第1の実施形態のシリコンウェーハ100Dの全面における平均ボイド欠陥密度、平均ボイド欠陥サイズの範囲を示している。第1の実施形態のシリコンウェーハ100Dはウェーハ全面における平均ボイド欠陥密度が $5 \times 10^6 / \text{cm}^3$ 以下となり、平均ボイド欠陥サイズが100nm以下となる。

第1の実施形態のシリコン結晶10は、直径200mmで、1.11～1.45mm/minの速度Vで引き上げ成長される。

このように第1の実施形態によれば、シリコンウェーハ全面における平均ボイド欠陥密度が $5 \times 10^6 / \text{cm}^3$ 以下に、平均ボイド欠陥サイズが100nm以下になるので、ボイド欠陥に起因するデバイス特性劣化をなくすることができる。またシリコンウェーハ全面でOSF領域が存在しないので、OSFに起因するデバイス特性劣化をなくすることができる。またシリコン結晶10を1.11～1.45mm/minの高速で引上げ成長させているので、生産性を高めることができる。

つぎにこうしたシリコンウェーハ100Dを製造するための条件について検討を加える。

前述したように、現状では、図2に100A、100Bで示されるように、OSF領域を結晶外周に逃がした比較的空孔濃度の安定した高V/G1の領域で、ボイド欠陥発生温度帯における冷却速度V・G2を変化させてボイド欠陥の密度、サイズを制御している。

ボイド欠陥の密度とサイズの間関係は図3に示されるように、概ね逆比例の関係にあり、欠陥サイズは冷却速度V・G2が大きくなるほど小さくなり（高V・G2効果）、欠陥密度は冷却速度V・G2が小さくなるほど大きくなる。高V/G1の領域では、ボイド欠陥を構成する総空孔濃度はほぼ一定であり、V/G1は殆ど影響せず冷却速度V・G2だけで図2に100A、100Bにて示すように欠陥の密度と

サイズが決定される。

図6は $V/G1$ が臨界値の2倍以上の場合、 1100°C における冷却速度と欠陥サイズを関係を示したものである。このように高 $V/G1$ のときには冷却速度を表す $V \cdot G2$ を大きく変化させるだけで欠陥サイズを低下させることができる（高 $V \cdot G2$ 効果）。

しかし $V/G1$ がボイド欠陥領域からOSF領域に変化する臨界値に近い領域では、 100°C 、 100°D に示されるように、 $V/G1$ が臨界値に近づき総空孔濃度が低くなるほど、 $V/G1$ の影響によって欠陥サイズを小さくする効果が顕れる（低 $V/G1$ 効果）。ボイド欠陥のサイズは、 $V/G1$ が臨界値に近い領域では、 $V/G1$ が小さいほど $V \cdot G2$ が大きいほど、小さくなる。

このため欠陥サイズを縮小させるには、主に $V \cdot G2$ を大きくさせる方法と、主に $V/G1$ を小さくさせる方法が考えられる。ただし成長速度 V だけを変化させただけでは、 $V \cdot G2$ を大きくすることと $V/G1$ が小さくすることとを両立させることはできないので後述するように $G1$ を大きくする方法が必要になる。

図7はシリコンウェーハ中心とシリコンウェーハ外周（端）との間における $V/G1$ の分布を示した図である。以下図7を併せ参照して説明する。

$V \cdot G2$ を大きくさせるのに有効な方法としてクーラ30によって $G2$ を高くするとともにシリコン結晶10が変形しないで成長させられる成長速度 V の限界速度 V_{max} を高めて、高速に引上げを行うという方法が考えられる（方法①）。

この方法①では引上げ速度が速く生産性が向上する利点がある。

しかし図7Aに破線にて示すように方法①は $V/G1$ が臨界値よりも遙かに大きく低 $V/G1$ 効果が得られないため、ボイド欠陥サイズの縮小化、低密度化には限界がある。

$V/G1$ を小さくさせる方法では、欠陥種がボイド欠陥からOSFに変わる臨界値近傍まで $V/G1$ を低下させないと、低 $V/G1$ 効果が顕れない。これは図2においてシリコンウェーハ100Aのシリコンウェーハ端を臨界値近傍まで移動させたことに相当する。

通常行われている引上げ条件では、図7Aに実線で示すようにシリコンウェーハ外周の $V/G1$ を臨界値まで低下させたとしても、シリコンウェーハ中心の $V/G1$ と

の差が大きいため、シリコンウェーハ中心部で高 $V/G1$ となり低 $V/G1$ 効果が得られない。このためシリコンウェーハ中心部でのボイド欠陥サイズの縮小化、低密度化には限界がある。

そこで、この問題を解決するために、つぎのような方法が考えられる。

・方法②

図7Bに実線にて示すように、シリコンウェーハ外周部でOSF領域、無欠陥領域に入ることが許容して、シリコンウェーハ中心部での $V/G1$ を低下させ低 $V/G1$ 効果を得る。

・方法③

図7Cに実線にて示すように、シリコンウェーハの中心～外周間での $V/G1$ の差が小さくなるように、シリコンウェーハ面内の $V/G1$ を一定レベル以上に均一にし、シリコンウェーハ面内全体にわたって $V/G1$ を低下させ、低 $V/G1$ 効果を得る。この方法③は前述した従来技術2に相当する方法である。

上記方法②によればウェーハ面内のボイド欠陥存在領域が狭くなることによってボイド欠陥数が減少する。しかしこのシリコン結晶10ではOSF領域が存在するという問題がある。シリコン結晶10中の酸素濃度を低く抑えることで熱処理後にシリコンウェーハ100でOSF核がOSFに顕在化しにくくすることができるが、酸素析出不足によってゲッターリング能力が不足するおそれがある。また通常のシリコン結晶10を引き上げる場合と比較して成長速度 V が低下することから生産性が劣る。

上記方法③によれば、ウェーハ全面でボイド欠陥サイズが縮小する。しかしウェーハ面内の $V/G1$ を一定レベル以上に均一にする条件は通常の条件で製造する場合に比べて引上げ速度 V が遅くなる。本発明者らの実験によると直径200mmのシリコン結晶100を引き上げ成長させる場合、引上げ速度 V を0.8mm/minよりも大きくすることができなかった。このように方法③によれば生産性が劣るおそれがある。

つぎに従来技術1を検討する。

図4は従来技術1のシリコン結晶10の中心における成長条件 $V/G1$ 、 $V \cdot G2$ の範囲を斜線にて示している。従来技術1では、 $V \cdot G2$ はその逆数であるボイド

欠陥発生温度帯通過時間 L/V (L : 温度領域長さ) で定義されている。

図4は $V/G1$ に対してボイド欠陥形成温度帯における通過時間 L/V をプロットし、 $0.10\mu\text{m}$ サイズ以上のパーティクル密度が $1\text{ヶ}/\text{cm}^2$ となるしきい線 $y = 0.28/(x - 0.225)^2$ (x : 横軸、 y : 縦軸) を示している。しきい線を境界とする斜線で示される領域が $R-O S F$ の発生がなく $0.10\mu\text{m}$ サイズ以上のパーティクル密度が $1\text{ヶ}/\text{cm}^2$ 以下となる。

ここで従来技術3によれば、シリコン結晶10とシリコン融液との境界である固液界面の形状によって、臨界値、 $V/G1$ の径方向分布が変化することが記載されている。

図4に示される斜線領域は、ある条件下での臨界値で欠陥サイズが低下し低密度化する領域であり、固液界面の形状によっては図4に示される斜線領域で欠陥サイズ低下、低密度化が常に成立するとはいえない。

また従来技術1の $V/G1$ は結晶中心部での値であり、 $V/G1$ の径方向分布については何ら考慮されていない。このため固液界面の形状が変化すれば結晶中心部で同じ $V/G1$ 値であったとしても $V/G1$ の径方向分布が異なるものになってしまうことにより結晶端部でボイド欠陥領域ではなくなり $O S F$ 領域になることもある。また固液界面形状が異なれば結晶端部でボイド欠陥サイズに差が生じることがある。

このように従来技術1に示される図4の斜線領域は、ウェーハ全面で常にボイド欠陥領域となり常に欠陥サイズが低下し低密度化するとはいえない。

すなわち従来技術1を適用したとしても、確かに図4に示される条件にしたがい結晶中心部を低 $V/G1$ 化することでボイド欠陥サイズ、密度は低下するものの、図7Bと同様にして結晶中心部を低 $V/G1$ 化することで結晶端部での $V/G1$ は臨界値を下回り $R-O S F$ が発生すると考えられる。

図8は通常の引上げ条件(磁場印加無し、クーラ設置無し)のときに固液界面の形状が変化することを調べた実験結果を示す。図8の横軸はシリコン結晶10の中心からの距離(半径方向距離)であり縦軸は固液界面の各部の高さ X である。固液界面高さ X 、固液界面中心高さ(突出量) X_{cen} は図16で定義される。固液界面中心高さ X_{cen} が正の値のとき固液界面は上に凸となり、固液界面中心高さ X_{cen} が負の値のとき固液界面は下に凸となる。図8は、成長速度 V を $0.53\text{mm}/\text{mi}$

$n \sim 1.14 \text{ mm/min}$ の範囲で変化させたときの各成長速度における固液界面形状、OSFが発生する成長速度およびそのときの固液界面形状を示している。

同図8に示すように通常条件では低 $V/G1$ にするために引上げ速度 V を低下させていくにつれて固液界面は徐々に上に凸の形状から下に凸の形状になる。 $R-OSF$ が発生する臨界値まで引上げ速度 V を低下させると固液界面形状は下に凸となる。このときの引上げ速度 V は 0.76 mm/min であった。

なお図20は図8とは異なる直径のシリコン結晶を通常の引上げ条件（磁場印加無し、クーラ設置無し）で引上げ成長させたときの固液界面の形状の変化を調べた実験結果を示す。図20の横軸、縦軸は図8の横軸、縦軸に対応している。図20は、成長速度 V を 0.35 mm/min 、 0.41 mm/min 、 0.48 mm/min にそれぞれ変化させたときの各成長速度における固液界面形状を示している。この成長速度域では固液界面形状は下に凸となっているのがわかる。

ここで本発明者らは固液界面が上に凸の形状になっているときにはウェーハ面内での $G1$ 分布が一定レベル以上に均一なものとなり $V/G1$ の径方向分布は一定レベル以上に均一になるが、逆に固液界面が下に凸の形状になっているときにはウェーハ面内での $G1$ 分布がばらつき $V/G1$ の径方向分布は均一にはならないことをみいだした。

通常条件では図8に示すように $V/G1$ を臨界値まで低下させたときに固液界面は下に凸となるので、ウェーハ面内の $G1$ 分布に差がつきウェーハ端部で $R-OSF$ が発生しやすくなると考えられる。つまり図7Bと同様にして結晶中心部を低 $V/G1$ 化したとしても結晶端部での $V/G1$ は臨界値を下回り $R-OSF$ が発生する。

そこでこれを回避するために引上げ速度 V いかににかかわらず固液界面を上凸形状にする方法として、シリコン融液5に 2500 G 以上の水平磁場を印加することが考えられる（方法④）。

図9はギャップ20を 57 mm にしるつば回転数 C/R を 3 rpm にし 3000 G の水平磁場をシリコン融液5に印加するという引上げ条件で固液界面の形状の変化を調べた実験結果を示す。図9の横軸、縦軸は図8の横軸、縦軸に対応している。成長速度 V を $0.35 \text{ mm/min} \sim 0.55 \text{ mm/min}$ の範囲で変化させた。

同図9に示すように水平磁場を印加する条件では引上げ速度 V いかににかかわ

らず固液界面を上にも凸の形状にすることができる。

つぎにクーラ30でシリコン結晶10を冷却することで、引上げ速度 V を生産性を落とすことない高速に維持にした状態で固液界面を上にも凸形状にする方法を考えた(方法⑤)。

図10はギャップ20を30mmにしるつぼ回転数 C/R を4rpmにしシリコン結晶回転数 S/R を13rpmにしクーラ30をシリコン融液5から距離80mmだけ離間した上方に配置するという引上げ条件で直径200mmのシリコン結晶10を作製したときの固液界面の形状の変化を調べた実験結果を示す。図10の横軸、縦軸は図8の横軸、縦軸に対応している。成長速度 V を0.78mm/min~1.48mm/minの範囲で変化させた。

同図10に示すようにクーラ30でシリコン結晶10を冷却するという条件では、 $R-OSF$ が発生する臨界値まで引上げ速度 V を低下させたとしても固液界面形状は上にも凸となる。そして、 $V/G1$ を臨界値まで低下させたときの下限の引上げ速度 V は図8と比較してわかるように1.11mm/minという高速であった。

図11は図10と条件を異ならせてるつぼ回転数 C/R を1rpmにしたときに、 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させたときの引上げ速度 V を調べた結果を示す。 $R-OSF$ を発生させない引上げ速度 V は1.15mm/min以上であった。図10と比べて $R-OSF$ を発生させない引上げ速度での固液界面が上にも凸になっていることがわかる。このようにクーラ設置に加えて更にもるつぼ回転数を調整することは、固液界面を上にも凸にするのに効果的であることがわかった。

そこでるつぼ回転数 C/R 、シリコン結晶回転数 S/R の各パラメータが固液界面の形状に及ぼす影響について検討した。

図18は、磁場印加無しでるつぼ回転数 C/R 等他の引上げ条件を同一条件にして、シリコン結晶回転数 S/R だけを変化させたときの固液界面の形状の変化を調べた実験結果を示す。図18の横軸、縦軸は図8の横軸、縦軸に対応している。シリコン結晶回転数 S/R を4rpm、8rpm、12rpmにそれぞれ変化させた。

同図18に示すようにシリコン結晶回転数 S/R を上げるほど固液界面を上にも凸にする効果が高まることがわかる。

図19は、磁場印加無しでシリコン結晶回転数 S/R 等他の引上げ条件を同一条件

件にして、るつぽ回転数 C/R だけを変化させたときの固液界面の形状の変化を調べた実験結果を示す。図 19 の横軸、縦軸は図 8 の横軸、縦軸に対応している。るつぽ回転数 C/R を 6 rpm、7 rpm、8 rpm、10 rpm にそれぞれ変化させた。

同図 19 に示すようにるつぽ回転数 C/R を上げるほど固液界面を上に出にする効果が高まることわかる。

したがってクーラ 30 を設置することに加えてシリコン結晶回転数 S/R 、るつぽ回転数 C/R を調整することで、 $R-OSF$ が発生する臨界値まで引上げ速度 V を低下させたときの固液界面形状を上に出にすることができる。

このようにクーラ設置という条件またはクーラ設置に加えてシリコン結晶回転数 S/R 、るつぽ回転数 C/R を調整することで、通常条件 (図 8) よりもシリコンウェーハ面内で $R-OSF$ を発生させない引上げ速度 V を高速にすることができる。これはクーラ 30 でシリコン結晶 10 を冷却することで $G1$ が増加し、 $V/G1$ が臨界値まで小さくなったときの速度 V を高くできるからである。

図 12 はクーラ 30 によりシリコン結晶 10 を冷却したときの引上げ速度比 V/V_{max} とシリコン結晶中心部でのボイド欠陥サイズとの関係を示している。

引上げ速度比 V/V_{max} は、シリコン結晶 10 が変形するときの限界速度 V_{max} に対する引上げ速度 V の比率である。

同図 12 に示すように引上げ速度 V を低くし引上げ速度比 V/V_{max} を低下させるほど欠陥サイズが小さくすることがわかる。

引上げ速度 V の低下は $V \cdot G2$ の低下を意味し $V \cdot G2$ のパラメータに限ればボイド欠陥サイズの増加を意味するが、この $V \cdot G2$ の低下によるマイナスの効果以上に低 $V/G1$ 効果がきいて、欠陥サイズを縮小させていると考えられる。

以上の検討結果からつぎのような製造方法でシリコンウェーハ 100 D を製造することが望ましい。

(製造方法 1)

この製造方法 1 では、上記方法⑤が適用されクーラ 30 が CZ 炉 2 内に設置される。クーラ 30 は、シリコン融液 5 から 30 mm ~ 500 mm の距離に、シリコン結晶 10 を囲むように配置される。シリコン結晶 10 の直径を 200 mm とした。

熱遮蔽板 8 の下端とシリコン融液表面 5 a との間隙のギャップ 2 0 が、2 0 mm ～ 1 0 0 mm に設定される。

そして 引上げ機構 4 によるシリコン結晶 1 0 の引上げ速度 V を調整するとともに、クーラ 3 0 の冷却量を調整して、シリコン結晶 1 0 の融点近傍での軸方向温度勾配 $G1$ を大きくさせ、成長速度 V が 1. 1 1 ～ 1. 4 5 mm/min の範囲で固液界面を融液面に対して上に凸の形状にした状態で、成長条件 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させる。このとき固液界面中心高さ X_{cen} は 0 ～ 2 0 mm にすることが望ましい。また必要に応じてシリコン結晶回転数 S/R 、るつぼ回転数 C/R が調整される。

本製造方法によれば図 1 0 で説明したようにクーラ 3 0 でシリコン結晶 1 0 を冷却することで $G1$ が増加し、 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させたときの速度 V を 1. 1 1 mm/min 以上に高く維持することができる。ただし図 1 2 で説明したようにボイド欠陥サイズの縮小効果を得るために引き上げ速度 V は、OSF を発生させない下限速度 1. 1 1 mm/min 近傍の低速にすることが望ましい。低速とはいえ通常の引上げ条件で OSF を発生させない下限引上げ速度 (0. 7 6 mm) と比較しても十分高速であり、生産性が劣ることはない。

本製造方法によれば、固液界面を融液面に対して上に凸の形状にした状態で、成長条件 $V/G1$ を臨界値近傍まで低下させているので、図 7 C と同様にウェーハ面内での $V/G1$ の径方向分布が一定レベル以上に均一になりウェーハ面内で OSF を発生させないようにすることができるとともに、低 $V/G1$ 効果によりボイド欠陥のサイズ、密度を縮小することができる。しかも速度 V は通常条件より高く維持されているので $V \cdot G2$ が大きくなり、高 $V \cdot G2$ 効果により欠陥サイズを更に小さくすることができる (図 3 参照)。このためシリコンウェーハ 1 0 0 D の全面にわたるボイド欠陥のサイズ、密度を図 5 に斜線に示すレベルまで小さくすることができる。

図 2 でシリコンウェーハ 1 0 0 D の図中横幅が通常条件で得られるシリコンウェーハ 1 0 0 A、1 0 0 B の横幅よりも狭くなっているのは、ウェーハ面内で $V/G1$ が均一化され、ボイド欠陥サイズ、密度がウェーハ面内で均一に縮小されていることを示している。

しかもこの製造方法 1 では、クーラ 3 0 を用いて固液界面を上凸形状にしたの

で（方法⑤）、水平磁場印加で同様のことを達成する場合（方法④）と比較して装置コストを低く抑えることができる。

つぎに製造方法 1 の効果を図 13 を用いて説明する。

図 13 は引上げ速度と結晶中心部における欠陥サイズとの関係を示している。図 13 は図 7 に対応している。

通常の条件では図 13 A に示すように、引上げ速度 V を低下させていくと結晶中心部で低 $V/G1$ 効果を十分得られる前の速度 $V1$ で結晶外周部に OSF が発生してしまう。このため低 $V/G1$ 効果は得られないが高 $V \cdot G2$ 効果が得られる引上げ速度 $V2$ まで速度 V を高くして欠陥サイズを低下させるようにしている。しかし高 $V \cdot G2$ 効果だけでは欠陥サイズの縮小効果に限界がある。

方法②では図 13 B に示すように、引上げ速度 V を低下させて $V3$ にすることで結晶中心部で低 $V/G1$ 効果を十分得られ欠陥サイズを十分に低下させることができる。しかし結晶外周部に OSF が発生してしまうおそれがあるとともに引上げ速度の低下により生産性が悪くなる。

これに対してクーラ 30 を用いた本発明の場合には図 13 C に示すように、引上げ速度 V を高い速度 $V5$ に維持できた上に低 $V/G1$ 効果が得られるため欠陥サイズを十分に低下させることができる。これに対して方法①では、クーラによって $G2$ を高め限界速度 V_{max} を高めているため引上げ速度 V を限界速度 V_{max} 付近の極めて高い速度 $V4$ にでき生産性が向上するものの、高 $V \cdot G2$ 効果だけで低 $V/G1$ 効果が得られないため欠陥サイズの縮小効果に限界がある。

図 14 A、B、C、D は引上げ速度を 1.45 mm/min （引上げ速度比 $V/V_{max}=0.97$ ）、 1.25 mm/min （引上げ速度比 $V/V_{max}=0.83$ ）、 1.15 mm/min （引上げ速度比 $V/V_{max}=0.77$ ）、 1.05 mm/min （引上げ速度比 $V/V_{max}=0.70$ ）と変化させたときのウェーハ面内の $R-OSF$ 領域の有無と、ウェーハ 1 枚当たりの LPD 数のヒストグラムを示している。

ヒストグラムの横軸は、ウェーハ 1 枚あたりでサイズ $0.10 \mu\text{m}$ 以上のパーティクルをカウントできた数を示し、縦軸は各カウント数に対応するウェーハ枚数を示している。

同図 14 に示すように引上げ速度 V を 1.45 mm/min から 1.05 mm/m

inまで低下させるにつれてウェーハ1枚当たりの大きなサイズのボイド欠陥が低減していることがわかる。また1.15mm/minから1.05mm/minの間の引上げ速度でウェーハ面内にOSFが発生(図10より1.11mm/minが下限)していることがわかる。

つぎに従来技術1、従来技術2(方法③)と比較した本実施形態の効果について説明する。

従来技術1では固液界面の形状、V/G1の径方向分布を何ら考慮したものではないので、図4に示す斜線領域は必ずしもボイド欠陥サイズ、密度を低減させることができる領域とはいえるものではなかった。しかし本実施形態によれば、クーラ30の冷却量を調整することにより固液界面を上凸形状にしてV/G1の径方向分布を均一にしたので、ウェーハ全面で精度よく欠陥サイズ、密度を小さくすることができる。このためデバイス不良の歩留まりが向上する。

つぎに従来技術2と比較する。

成長中のシリコン結晶の固液界面近傍では、次式に示されるステファン条件で熱収支がバランスしている。

$$K_s \cdot G_s = H \cdot V + K_L \cdot G_L$$

K_s : 結晶の熱伝導率

K_L : 融液の熱伝導率

G_s : 結晶の温度勾配

G_L : 融液の温度勾配

H : 凝固潜熱

V : 引上げ速度

従来技術2(方法③)では、結晶径方向のV/G1分布を均一にしているが、一般にV/G1分布を均一にするには、結晶の表面からの抜熱を抑える必要がある。このため凝固潜熱の吐き出し効果が弱まり、上記式で $K_s \cdot G_s$ が小さくなり、引上げ速度Vを大きくできなくなる。ひいてはボイド欠陥発生温度帯での冷却速度の低下つまりV・G2の低下を招く。このためボイド欠陥縮小化、生産性を阻害することになる。これに対して本実施形態ではクーラ30によりシリコン結晶10を冷却したのでG1が大きくなり、引上げ速度Vを大きくしてもV/G1を小さくすることがで

き界面形状を上凸にしたのでV/G1の面内分布もほぼ均一な状態に保てる。また引上げ速度Vが大きいのでV・G2を大きくすることができる。このため従来技術2と比較してボイド欠陥縮小化、生産性を向上させることができる。

図17は本発明と方法①、方法②、方法③（従来技術2）とを、サイズ0.10 μm 以上のCOP数の低減、生産性、R-OSFの有無について比較したものである。同図17において◎が非常に優れているという評価を示し、○が優れているという評価を示し、△がやや劣るという評価を示している。同図17に示すに本発明は他の方法と比較して、総合的に最も優れているという評価が得られた。

（製造方法2）

上記方法④を適用して製造方法1と同様にシリコンウェーハ100Dを製造してもよい。この場合、シリコン融液5に2500G以上の水平磁場を印加して固液界面を上凸形状にする以外は、製造方法1と同様な制御が行われる。製造方法2では、引上げ速度Vいかにかわらず固液界面を上凸形状にすることができるので、引上げ速度Vの自由度が向上する。

さて上述した第1の実施形態では、シリコンウェーハでのOSFの発生を回避するようにしている。しかし結晶構造的にOSF領域であったとしてもデバイスを作製するプロセスでOSF核がOSFに顕在化しない場合には、シリコンウェーハの特性として問題にならない場合がある。すなわちR-OSFの核はシリコン結晶中の酸素析出物であることが知られているため、シリコン結晶中の酸素濃度を低下させたり、シリコンウェーハ作製後にOSF核が消失可能な熱処理を加えることでOSFの非顕在化が可能にする。そこで、つぎのような製造方法を採用してもよい。

（第2の実施形態）

図2に示す100Cは、第2の実施形態のシリコンウェーハを示している。実施形態のシリコンウェーハ100Cは、その面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側10mmまでの領域においてOSFが存在しないように製造される。

図5の斜線で示される領域は、第2の実施形態のシリコンウェーハ100CのR-OSFの内側領域における平均ボイド欠陥密度、平均ボイド欠陥サイズの範囲を示している。第2の実施形態のシリコンウェーハ100CはR-OSFの内側領域における平均ボイド欠陥密度が $5 \times 10^6/\text{cm}^3$ 以下となり、平均ボイド欠陥サ

イズが100nm以下となる。

第2の実施形態の製造方法は以下のとおりである。

(製造方法3)

この製造方法3では、上記方法⑤が適用されクーラ30がCZ炉2内に設置される。シリコン結晶10の直径は200mmとした。

そして 引上げ機構4によるシリコン結晶10の引上げ速度Vを調整するとともに、クーラ30の冷却量を調整して、シリコン結晶の融点近傍での軸方向温度勾配G1を大きくさせた状態で、成長条件V/G1を臨界値近傍まで低下させる。

本製造方法によれば図10で説明したようにクーラ30でシリコン結晶10を冷却することでG1が増加し、V/G1を臨界値近傍まで低下させたときの速度Vを高く維持することができる。ただしシリコン結晶10の外周部にOSF領域が発生することを許容しているため図10に示すように固液界面は製造方法1の場合と比較してやや下に凸の形状になるとともに、図12に示すように引上げ速度Vは製造方法1の場合よりも低くなる。このため引上げ速度Vの更なる低下によりボイド欠陥サイズの縮小効果が一層高まる。低速とはいえ通常の引上げ条件でOSFを発生させない下限引上げ速度(0.76mm/min)と同程度のレベルであり、生産性が劣ることはない。

本製造方法によれば、V/G1を臨界値近傍まで低下させているので低V/G1効果を得られ、ボイド欠陥のサイズ、密度を縮小することができる。しかも速度Vは通常条件と同レベルに高く維持されているのでV・G2が大きくなり、高V・G2効果により欠陥サイズを更に小さくすることができる(図3参照)。このためシリコンウェーハ100Cは、その面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側10mmまでの領域において、ボイド欠陥のサイズ、密度を図5に斜線に示すレベルまで小さくすることができる。

図2でシリコンウェーハ100Cの図中横幅が通常条件で得られるシリコンウェーハ100A、100Bの横幅よりも狭くなっているのは、ウェーハ面内でV/G1が均一化され、ボイド欠陥サイズ、密度がウェーハ面内で均一に縮小されていることを示している。

本製造方法では、OSF核がOSFに顕在化しないようにシリコン結晶10中の

酸素濃度が制御されるとともにシリコンウェーハ100°Cに熱処理が施される。具体的には以下の各工程のいずれか若しくはこれらの工程が適宜組み合わせられて実施される。

(工程1) シリコン結晶10中の酸素濃度が $12.5 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以下に制御される。

(工程2) シリコンウェーハ100°Cに1000°C以上の熱処理が施される。(工程3) シリコンウェーハ100°Cに非酸化性雰囲気中で1000°C以上の熱処理が施される。

工程3によればシリコンウェーハ表層でのボイド欠陥を消滅させる効果が得られる。

もちろん第1の実施形態の製造方法1、2に(工程1)、(工程2)、(工程3)を適宜加えるようにしてもよい。また第2の実施形態の製造方法3で(工程1)、(工程2)、(工程3)を省略してもよい。

なお上述した各実施例は、ポリッシュドウェーハを製造する場合のみならずアニールウェーハを製造する場合にも適用することができる。

(第3の実施形態)

つぎに無欠陥の結晶が得られる成長条件V/Gの許容幅を拡大することができる実施形態について説明する。

図25は本実施形態の装置の構成を側面からみた図である。

同図25に示すように、実施形態の単結晶引上げ装置101は、単結晶引上げ用チャンバとしてのCZ炉102を備えている。

CZ炉102内には、多結晶シリコンの原料を溶融して融液105として收容する石英るつぼ103aが設けられている。石英るつぼ103aの外側は黒鉛るつぼ103bによって覆われている。黒鉛るつぼ103bの外側にあつて側方には、石英るつぼ103a内の多結晶シリコン原料を加熱して溶融するヒータ109が設けられている。

ヒータ109とCZ炉102の内壁との間には、保温筒113が設けられている。

石英るつぼ103aの上方には図示しない引上げ機構が設けられている。溶融が安定化すると、この引上げ機構により種結晶が融液105に浸漬されて融液105

からシリコン単結晶のインゴットが引き上げられる。

CZ炉102の上方には、ゲートバルブ111が取り付けられている。ゲートバルブ111が閉じられることにより炉102内と外気が遮断され炉102内を真空（たとえば20 Torr程度）に維持することができる。

単結晶引き上げのプロセス（1バッチ）の間で、CZ炉102内には種々の蒸発物が発生する。そこでCZ炉102にはキャリアガスとしてアルゴンガス107が上方より供給され図示しない下方の排気口からポンプによって排気される。これにより炉102内は所定の低圧に減圧されるとともに炉102内の不純物がアルゴンガス107とともに排気され炉102内がクリーンに保たれる。アルゴンガス107の供給流量は1バッチ中の各工程毎に設定される。

石英るつぼ103aの容量には限りがあることから、引き上げられるシリコン単結晶の重量に応じて、あるいは引き上げ回数に応じて、石英るつぼ103a内に追いチャージやリチャージによって多結晶シリコン原料が追加供給される。石英るつぼ103a内に多結晶シリコン原料を追加供給することで、石英るつぼ1個当たりで製造されるシリコン単結晶の量を増やすことができ、製造コストを低減させることができる。

黒鉛るつぼ103bの底には回転軸110が固定されている。シリコン単結晶が引き上げられる際に、石英るつぼ103aは黒鉛るつぼ103bとともに回転軸110によって所定の回転速度で回転する。

また回転軸110は鉛直方向に昇降自在であり、石英るつぼ103aを黒鉛るつぼ103bとともに上下動させて任意の位置に移動させることができる。ここでヒータ109の上端に対する黒鉛るつぼ103bの上端の相対距離を、るつぼ位置C/Pと定義する。るつぼ位置C/Pの極性は、ヒータ109の上端よりも黒鉛るつぼ103bの上端が上方に位置した場合をプラス（+）とし、ヒータ109の上端よりも黒鉛るつぼ103bの上端が下方に位置した場合をマイナス（-）とする。

石英るつぼ103aの上方にあって、引き上げられるシリコン単結晶の周囲には、略逆円錐台形状の熱遮蔽体（ガス整流筒）108が設けられている。熱遮蔽体108は、種結晶により成長されるシリコン単結晶を、石英るつぼ103a、黒鉛るつぼ103b、融液105、ヒータ109などの高温部で発生する輻射熱から断熱、

遮蔽するために設けられている。また熱遮蔽体108は、引き上げられるシリコン単結晶に、炉内で発生した不純物（シリコンアモルファス）等が付着して、単結晶の育成を阻害することを防止する。熱遮蔽体108の下端と融液105の表面との間隙のギャップHの大きさは、シリコン単結晶の成長条件 V/G （ V ：成長速度、 G ：結晶の軸方向温度勾配）を制御する上で重要なパラメータである。そこでギャップHの大きさを調整するために、熱遮蔽体108を昇降させる昇降機構が設けられている。この昇降機構により熱遮蔽体108はCZ炉102内で鉛直方向に昇降自在であり、熱遮蔽体108を上下動させて任意の位置に移動させることができる。

図26は熱遮蔽体108を斜視的に示す。同図26に示すように、熱遮蔽体108には、上面が平坦となるようにフレーム材として吊り部108aが架け渡されている。この吊り部108aは、たとえばC・C・M（カーボン・カーボンファイバ複合材料）で構成されている。

吊り部108aには吊りケーブル114が接続されており、吊りケーブル114によって熱遮蔽体108が吊り下げられている。吊りケーブル114は、たとえばタングステンで構成されている。

図27は熱遮蔽体108を昇降させる昇降機構を示している。

同図27に示すように吊りケーブル114は巻上ドラム116に巻かれている。巻上ドラム116は駆動モータ116が作動することによって回転される。駆動モータ116は直流の電源121より電気信号線122を介して印加される電圧（たとえば12V）によって作動する。電源121と駆動モータ116との間の電気信号線122には電流制限抵抗120が介在されており、駆動モータ116に流れる電流が制限される。

熱遮蔽体108、吊りケーブル114、巻上ドラム116は電気信号線122に電氣的に接続されている。また電気信号線122に印加されている電圧を検出する電圧検出器118が設けられている。電圧検出器118にはリレー119が付設されており、このリレー119は、電圧検出器118で検出される電圧が、所定のしきい値（たとえば6V）以下になると、付勢されて、駆動モータ116を停止させる。CZ炉102は接地（アース）されている。

図25に示すように、熱遮蔽体108の外径は、保温筒113の上端開口部に応

じた大きさに形成されている。熱遮蔽体108が上昇しその端がCZ炉102の内壁に接触したときの位置をA、熱遮蔽体108が位置Aよりも下降して、熱遮蔽体108の下部が保温筒113の開口部に位置したときの位置をB、熱遮蔽体108が位置Bよりも更に下降して、熱遮蔽体108の上部が保温筒113の開口部に位置したときの位置をCとする。

熱遮蔽体108は、図28に示すように、CZ炉102内に上方より供給されるアルゴンガス107を、融液105の表面の中央に導き、さらに融液105の表面を通過させて融液105の表面の周縁部に導く。そして、アルゴンガス107は、CZ炉102内で生成されたCOガス112、特にCZ炉102の上部に漂うCOガス112や石英るつぼ103aと黒鉛るつぼ103bが上端で接触する部分Dで生成されたCOガス112を、そのアルゴンガス107の流れにのせて、CZ炉102の下部に設けた排気口から排出させる。

また熱遮蔽体108によって融液105の液面上のガス流速が安定化し、融液105から蒸発する酸素を安定な状態に保つことができる。

つぎに上述した実施形態装置の動作について説明する。

CZ法によるプロセスは概略すると、溶融、溶融安定化、引上げ、冷却、取り出しの各工程からなる。リチャージによる方法ではこのプロセスが繰り返され複数本のシリコン単結晶が引き上げられ、1本シリコン単結晶が引き上げられる毎に、つぎの溶融工程で多結晶シリコン原料の追加供給が行われる。追いチャージによる方法では溶融工程で初期の多結晶シリコン原料を供給して初期の分が溶融した後に追加分の原料が供給される。リチャージや追いチャージが行われる際にはゲートバルブ111が閉じられる。シリコン単結晶の製造のプロセス中、特に溶融工程でCOガス112が融液105に取り込まれる易く、さらに溶融工程のうちゲートバルブ111が閉じられた状態でCOガス112が融液105に特に取り込まれる易いといわれている。

・溶融工程

溶融工程ではゲートバルブ111が閉じられる。そしてゲートバルブ111が閉じられた状態では、熱遮蔽体108は図25に示す位置Aまで上昇される。

すなわち図27の昇降機構において駆動モータ117が作動し巻上ドラム11

6が回転する。これにより吊りケーブル114が上昇し熱遮蔽体108が上昇される。熱遮蔽体108が位置Aに達すると熱遮蔽体108の上端がCZ炉102の内壁に接触する。このため熱遮蔽体108がアースされた状態となり、熱遮蔽体108、吊りケーブル114、巻上ドラム116を介して電気信号線122が接地電位となる。このため電圧検出器118で検出される電圧がしきい値以下となりリレー119が付勢され、駆動モータ117が停止する。このため熱遮蔽体108は、CZ炉102の内壁に接触した位置Aで丁度停止する。

なお熱遮蔽体108の吊り部108aは、可撓性のあるC.C.Mで構成されているため、駆動モータ117がオーバーランしたときに吊りケーブル114の撓みを吸収することができる。

熱遮蔽体108が位置Aに位置されたときのガスの流れは図28に示される。従来にあっては熱遮蔽体108は図29に示されるように位置Bに位置されていた。以下図29の対比において図28のガスの流れについて説明する。

図29に示すように、通常、溶融工程ではヒータ109からの熱吸収をよくするため、そしてCOガス112の巻き込みを抑制するために、るつぼ位置C/Pを、引上げ工程の位置よりも高く保っている。一方、熱遮蔽体108は多結晶シリコン原料の熔解の熱効率を高める観点からはなるべく低い位置(C位置)に位置させる必要があるが、原料や融液105との接触を回避するために中間の位置Bに位置させるようにしている。この状態では、アルゴンガス107の一部は、CZ炉102内で生成されたCOガス112とともに、CZ炉102の上方から熱遮蔽体108の下方、ヒータ109と黒鉛るつぼ103bとの間を介してCZ炉102の下方より排気されるものの、アルゴンガス107の一部は、COガス112とともに、熱遮蔽体108の外側から熱遮蔽体108の上端、内側を介して融液105に向かう流れ、つまり熱遮蔽体108を上下方向に回流する流れを形成する。このためCOガス112が融液105に接触し炭素が融液105に取り込まれる易くなる。

これに対して図28に示すように熱遮蔽体108を、その上端がCZ炉102の内壁に接触する位置Aに位置させた場合には、アルゴンガス107がCOガス112とともに、熱遮蔽体108の外側から熱遮蔽体108の上端、内側を介して融液105に向かう流れ、つまり熱遮蔽体108の回りを上下方向に回流する流れは形

成されない。すなわちアルゴンガス107は整流され、CZ炉102内で生成されたCOガス112をのせて、CZ炉102の上方から熱遮蔽体108の下方、ヒータ109と黒鉛るつぼ103bとの間を介してCZ炉102の下方より効率よく排気される。このようにアルゴンガス107が整流されることによって、CZ炉102の上部に漂うCOガス112のみならず石英るつぼ103aと黒鉛るつぼ103bとの反応で発生したCOガス112も下方に向かって効率よく排気されるため、溶解中に融液105に取り込まれる炭素の量が図29の場合と比較して格段に減少する。

これにより、引き上げられるシリコン単結晶内の炭素濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下まで低減することができる。

なおアルゴンガス107の整流作用によってガスが効率的に排気されるため、CZ炉102内のシリコンアモルファス等の不純物も炉外に効率よく排出され、炉内の汚染を従来よりも低減できるという副次的な効果も得られる。

また本実施形態では、熱遮蔽体108をCZ炉102の内壁に接触させた位置Aに位置させているので、ガス流によって熱遮蔽体108が揺動することが抑制され、安定したガスの流れが形成される。

・ 引き上げ工程

引き上げ工程では、種結晶が融液105に浸漬され種結晶を引き上げることでシリコン単結晶のインゴットが生成される。

引き上げ工程では、熱遮蔽体108は、本来の機能を果たすことができる位置、つまり石英るつぼ103a内の融液105で発生する輻射熱から、引き上げられるシリコン単結晶を遮蔽できる位置に位置決めされる。溶融工程でA位置に位置されていた場合には、熱遮蔽体108はB位置まで下降される。

引き上げの工程では、引き上げられるシリコン単結晶からボイド欠陥、OSF（酸素誘起積層欠陥）および転位クラスタ（格子間シリコン型転位欠陥）が排除されるように、成長条件V/G（V：成長速度、G：結晶の軸方向温度勾配）を調整しつつ、シリコン単結晶が引き上げられる。

図21の詳細は、後述するが、ここでは図21を用いて、シリコン単結晶中の炭素濃度と引き上げの際の成長条件V/Gとの関係について説明する。図21の横軸は

シリコン単結晶中の炭素濃度 (atoms/cm^3) であり、縦軸は (V/G) 0 で規格化した成長条件 V/G である。ここで (V/G) 0 は、炭素無添加結晶における V/G の臨界値つまり極微量炭素条件でのニュートラルな状態を表す V/G 値である。

同図 21 に示すようにシリコン単結晶中の炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 以下になると、無欠陥で結晶を製造できる範囲 (無欠陥領域) が急激に拡大することがわかる。それによって縦軸の無欠陥の結晶が得られる成長条件 V/G の許容幅が拡大される。このため、たとえ結晶成長中に V/G が動的に変化したとしても、引上げ速度 V の許容幅が大きく、成長条件 V/G の制御が容易となる。

このため無欠陥のシリコン単結晶の取得率が向上し、無欠陥のシリコン単結晶の製造コストが低減する。この結果、無欠陥のシリコン単結晶を工業的に容易かつ安定して製造することが可能になる。たとえば IC および LSI の基板として優れたシリコンウェーハを高い歩留まりで製造することができるとともに、IC および LSI の製造工程には欠かせないパーティクルモニタ用シリコンウェーハを安価に製造することができる。

また本実施形態によれば、単結晶引上げ装置 101 に既存の熱遮蔽体 108 を利用し、その位置決めを行うだけで、CO ガス 112 が融液 105 に取り込まれないアルゴンガス 107 の流れを安定して形成することができ、CO ガス 112 を効率よく炉外に排出することができる。このため従来技術 9 ~ 12 と比較して、単結晶引上げ装置 101 自体の製造コストを減らすことができるとともに、シリコン単結晶中の炭素濃度を安定して低くすることができる。

上述した説明では、熱遮蔽体 108 を CZ 炉 102 の内壁に接触する位置 A まで上昇させているが、必ずしも完全に接触させる必要はなく、図 28 と同様なガスの流れが実現できるのであれば、熱遮蔽体 108 の上端と CZ 炉 102 の内壁との距離が 0 ~ 30 mm 程度に近接した距離になっていたとしてもよい。

また上述した説明では、るつぼ位置 C/P が通常 (従来) の溶融工程と同じ位置 (図 29 と同じ位置) であるものとして説明したが、回転軸 110 を下降させて、るつぼ位置 C/P を通常 (従来) の溶融工程よりも低い位置まで下降させて、更にシリコン単結晶中の炭素濃度を低下させてもよい。

また上述した説明では、アルゴンガス 107 の流量については言及しなかったが、

アルゴンガス107の流量を通常(従来)の溶融工程で設定される流量よりも増加させることで、更にシリコン単結晶中の炭素濃度を低下させてもよい。

図37は、熱遮蔽体108が位置Aに位置されている状態で、るつぼ位置C/P(mm)、アルゴンガス107の流量(L/min)を変化させたときのシリコン単結晶中の炭素濃度(atoms/cm³)を示した表である。同図37に示すように、るつぼ位置C/Pをマイナスの位置にするか、ガス流量を増加することで炭素濃度の低減が図られることが確認された。るつぼ位置C/Pを-70(mm)まで下げ、アルゴンガス7の流量を120(L/min)まで増加させたときに炭素濃度が 0.01×10^{17} atoms/cm³ となり、最も炭素濃度が減っているのがわかる。

つぎに熱遮蔽体108の位置、るつぼ位置C/Pと、ガスの流れ、炭素濃度との関係について図30～図35を参照して説明する。図36は図30～図35の各水準①～⑥に対応させて熱遮蔽体108の位置、るつぼ位置C/P、炭素濃度の低い順位((1)～(6))を表で示している。図36に示すように、図33の水準④→図30の水準①→図35の水準⑥→図32の水準③→図34の水準⑤→図31の水準②の順番にシリコン単結晶中の炭素濃度が高くなった。以下炭素濃度が低い順にガスの流れと炭素濃度との関係について説明する。

図33は、熱遮蔽体108が位置Aに位置決めされ、るつぼ位置C/Pが-100(mm)に位置決めされた水準④のガスの流れを示している。同図33に示すように、水準④では、アルゴンガス7がCOガス112とともに、熱遮蔽体108の外側から熱遮蔽体108の上端、内側を介して融液105に向かう流れ、つまり熱遮蔽体108の回りを上下方向に回流する流れは形成されていない。すなわちアルゴンガス107は整流化されている。図33の水準④は全ての水準の中で最もガス流れが層流化しており、石英るつぼ103a内で内側に巻き込む渦も形成されていない。このため水準④は全ての水準の中で最も炭素濃度が低くなっている(炭素濃度順位(1))。

図30は、熱遮蔽体108が位置Aに位置決めされ、るつぼ位置C/Pが23(mm)に位置決めされた水準①のガスの流れを示している。同図30に示すように、水準①では、アルゴンガス107がCOガス112とともに、熱遮蔽体108の外側から熱遮蔽体108の上端、内側を介して融液105に向かう流れ、つまり熱遮

蔽体 108 の回りを上下方向に回流する流れは形成されていない。すなわちアルゴンガス 107 は整流化されている。しかし図 30 の水準①は図 33 の水準④と比較して石英るつぼ 103 a 内で内側に巻き込む渦が形成されている。このため図 33 の水準④よりも炭素濃度の低減の効果が低くなっている（炭素濃度順位（2））。

図 35 は、熱遮蔽体 108 が位置 C に位置決めされ、るつぼ位置 C/P が -100 (mm) に位置決めされた水準⑥のガスの流れを示している。同様に図 32 は、熱遮蔽体 108 が位置 C に位置決めされ、るつぼ位置 C/P が 23 (mm) に位置決めされた水準③のガスの流れを示している。

これら図 35、図 32 に示すように、水準⑥、③では、アルゴンガス 107 が CO ガス 112 とともに、熱遮蔽体 108 の外側から熱遮蔽体 108 の上端、内側を介して融液 105 に向かう流れ、つまり熱遮蔽体 108 の回りを上下方向に回流する流れは形成されていない。すなわちアルゴンガス 107 は整流化されている。ガスの流れとしては層流的であるといえるが、融液 105 の上方からガスが舞い上がり熱遮蔽体 108 の内側をとおり熱遮蔽体 108 の上方に逆流するガスの流れが形成されているため、水準④、①よりも炭素濃度の低減の効果が低くなっている（水準⑥は炭素濃度順位（3）、水準③は炭素濃度順位（4））。なお、熱遮蔽体 108 が C 位置に位置決めされると熱遮蔽体 108 の上部が保温筒 113 と開口部と接触し、炭素が発生するおそれがある。このため炭素の発生要因を少なくするためにも熱遮蔽体 108 を C 位置に位置決めするのは望ましくない。

図 34 は、熱遮蔽体 108 が位置 B に位置決めされ、るつぼ位置 C/P が -100 (mm) に位置決めされた水準⑤のガスの流れを示している。同様に図 31 は、熱遮蔽体 108 が位置 B に位置決めされ、るつぼ位置 C/P が 23 (mm) に位置決めされた水準②のガスの流れを示している。

これら図 34、図 31 に示すように、水準⑤、②では、アルゴンガス 7 が CO ガス 112 とともに、熱遮蔽体 108 の外側から熱遮蔽体 108 の上端、内側を介して融液 105 に向かう流れ、つまり熱遮蔽体 108 の回りを上下方向に回流する流れが形成されている。すなわちアルゴンガス 107 は整流化されていない。このため CO ガス 112 が融液 105 に取り込まれやすく、炭素濃度が高くなっている（水準⑤は炭素濃度順位（5）、水準②は炭素濃度順位（6））。

なお上記各水準①～⑥それぞれについてアルゴンガス7を流量を80 (L/min) から100 (L/min) に増加させたところ、流量を増加させた場合の方が各水準で炭素濃度が低くなるという結果を得た。

以上のことから、シリコン単結晶中の炭素濃度に影響を与えるパラメータには、熱遮蔽体108の位置、るつぼ位置C/P、アルゴンガス107の流量があり、図33 (水準④) に示すように、熱遮蔽体108の位置をCZ炉102の内壁に接触する位置AかCZ炉102の内壁に近接させた位置に位置させ、かつるつぼ位置C/Pをマイナスの位置つまり黒鉛るつぼ103bの上端がヒータ109の上端よりも下方にある位置に位置させ、更にアルゴンガス107の流量を増加させることで、炭素濃度を最も低下させることができることがわかった。ただし重要なパラメータは、熱遮蔽体108の位置であり、図33 (水準④) 、図30 (水準①) に示すように、るつぼ位置C/Pに関係なく、熱遮蔽体108の位置をCZ炉102の内壁に接触する位置AかCZ炉102の内壁に近接させた位置に位置させることで、炭素濃度を低下させることができることがわかった。

なお上述した説明では、溶融工程のうちゲートバルブ111が閉じられた状態のときに、図28ないしは図33 (水準④) ないしは図30 (水準①) で示される位置に、熱遮蔽体108、るつぼ103a、103bが位置決めされる場合を想定したが、溶融工程のうちゲートバルブ111が閉じられていない状態のときに、図28ないしは図33 (水準④) ないしは図30 (水準①) で示される位置に、熱遮蔽体108、るつぼ103a、103bを位置決めしてもよい。さらに溶融工程以外の工程で、同様に位置決めを行うようにしてもよい。

シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させる手段、手法は、上述した従来技術9～12を併用してもよい。たとえば黒鉛るつぼ103b、ヒータ109、熱遮蔽体108などの高温に晒される黒鉛部材をSiCで被覆して、COガス112の発生自体を抑制してもよい。

つぎに図21～図24を用いてシリコン単結晶中の炭素濃度と成長条件V/Gとの関係について考察する。

図22は、石英るつぼ103aの直径が22インチの単結晶引上げ装置101を用いて、結晶の直径が200mmで炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ のシリコン

単結晶を引き上げた場合の実験結果であり、成長速度 V を変化させたときの結晶内の欠陥種の分布を示している。実験では成長速度 V を徐々に低下させてシリコン単結晶を得た。図23は、炭素濃度を図22よりも $6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$ と更に低下させた他は、図22と同じ条件で結晶内の欠陥種の分布を調べた結果を示している。

図22、図23の横軸は成長速度 V (mm/min) であり、縦軸は結晶の中心からの距離 (半径方向位置) (mm) である。

実験では結晶の各位置における欠陥種の分布を、酸素析出熱処理後の X線トポグラフ法、銅デコレーション後の X線トポグラフ法、Secco エッチング法の併用により、判定、評価した。図22のシリコン単結晶中の炭素濃度 ($3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$) は、厚さ2mmのサンプルを用いて、FTIR法により測定した。また図23のシリコン単結晶中の炭素濃度 ($6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$) は、放射化分析により評価、測定した。

図22、図23に示すように、横軸位置、縦軸位置に対応させて各欠陥種が顕れる。それらはボイド欠陥が顕れるボイド欠陥領域であり、OSFのリングであるR-OSFが顕れるOSFリング領域であり、転位クラスタが顕れる転位クラスタ領域である。無欠陥結晶が得られる無欠陥領域は、転位クラスタ領域とボイド欠陥領域との間に顕れる。無欠陥領域は空孔型無欠陥領域と格子間シリコン型無欠陥領域とに分けられ、それらのニュートラルな境界は破線で示している。

図22と図23を比較すると、図22よりも炭素濃度が低く極低炭素濃度 ($6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$) となっている図23の方が、無欠陥領域に対応する成長速度 V の幅が著しく拡大しているのがわかる。図22では結晶の半径方向の全領域で無欠陥となるような成長速度 V は存在せず、成長速度 V を一定とすれば必ずいずれかの欠陥が結晶の半径方向のどこかには存在することになる。しかし図23では極低炭素化によって無欠陥領域に対応する成長速度 V の幅が著しく拡大されており、成長速度 V を多少変化させたとしても結晶の半径方向の全領域で無欠陥となる。

つぎに炭素濃度と欠陥種との関係を調べるために、炭素濃度がそれぞれ $6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$ 、 $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 、 $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 、 $6 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ のシリコン単結晶を育成し、図22、図23に示す実験と同様

な評価を行った。ここで高炭素濃度 $6 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ のシリコン単結晶は、炭素を故意にドーピングすることで取得したものであり、低炭素濃度 $6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$ 、 $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ のシリコン単結晶は、図 25 に示す実施形態装置 101 を用い CO ガス 112 を効率的に排出することによって取得したものである。

図 24 に示す表は実験結果を示しており、各炭素濃度に対応させて各欠陥種が変化する境界における $(V/G) / (V/G)_0$ 値を示している。図 24 では、低成長速度 V 側の OSF 境界 α 、ニュートラル位置 β 、転位クラスタ発生境界 γ の $(V/G) / (V/G)_0$ 値を示している。ここで低成長速度 V 側の OSF 境界 α とは OSF リング領域と無欠陥領域との境界のことであり、ニュートラル位置 β とは無欠陥領域中で空孔型無欠陥領域と格子間シリコン型無欠陥領域とを分ける境界のことであり、転位クラスタ発生境界 γ とは無欠陥領域と転位クラスタ領域との境界のことである。

なお $(V/G) / (V/G)_0$ は、前述したように V/G_0 で規格化した成長条件 V/G であり、 V/G_0 は極微量炭素条件でのニュートラル状態を表す V/G 値である。G は前述した本発明者らに係る特許文献 3 に開示された方法を用いて計算により求めた。

図 21 は、図 24 に表として示される実験結果を、炭素濃度 (atoms/cm^3)、規格化した成長条件 $(V/G) / (V/G)_0$ に対応させて欠陥種の分布として表したものである。前述したようにシリコン単結晶中の炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下になると急激に、無欠陥のシリコン単結晶が得られる成長条件 V/G の幅が拡大しているのがわかる。

なお上述した説明では、図 25 に示す引上げ装置 101 を用い効率的に CO ガス 112 を排出することにより炭素濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下に低下させているが、この技術を適用することなく従来技術 9 ~ 12 に示される従来技術のみを適用して炭素濃度を低下させてもよい。

こと

を特徴とする請求の範囲10記載のシリコンウェーハの製造装置。

16. 前記シリコン融液の上方に、熱遮蔽板が設けられ、当該熱遮蔽板の下端とシリコン融液表面との間隙のギャップが、20mm～100mmに設定されていること

を特徴とする請求の範囲12記載のシリコンウェーハの製造装置。

17. シリコン融液から引上げ成長されることによって取得されたシリコンウェーハであって、

シリコンウェーハ全面においてOSF（酸化誘起積層欠陥）の領域が存在せず、シリコンウェーハ全面における平均ボイド欠陥密度が $5 \times 10^6 / \text{cm}^3$ 以下であって、シリコンウェーハ全面における平均ボイド欠陥サイズが100nm以下であること

を特徴とするシリコンウェーハ。

18. シリコン融液から引上げ成長されることによって取得されたシリコンウェーハであって、

シリコンウェーハの面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側10mmまでの領域においてOSF（酸化誘起積層欠陥）の領域が存在せず、シリコンウェーハの面内のうち少なくとも面の中心から外周より内側10mmまでの領域における平均ボイド欠陥密度が $5 \times 10^6 / \text{cm}^3$ 以下であって、平均ボイド欠陥サイズが100nm以下であること

を特徴とするシリコンウェーハ。

19. （補正後）炭素の濃度を $1 \times 10^{15} \text{atoms} / \text{cm}^3$ 未満とし、成長条件V/G（V：成長速度、G：結晶の軸方向温度勾配）を調整することによって、ボイド欠陥、OSF（酸素誘起積層欠陥）および転位クラスタ（格子間シリコン型転位欠陥）を排除した無欠陥のシリコン単結晶を製造する方法。

20. （補正後）炭素の濃度が $1 \times 10^{15} \text{atoms} / \text{cm}^3$ 未満の範囲で、成長条件V/G（V：成長速度、G：結晶の軸方向温度勾配）を調整することによって、製造されてなる、ボイド欠陥、OSF（酸素誘起積層欠陥）および転位クラスタ（格子間シリコン型転位欠陥）が排除された無欠陥のシリコン単結晶。

Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT/JP2003/014509



PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY (Chapter II of the Patent Cooperation Treaty)

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference KEM-119PCT		FOR FURTHER ACTION		See Form PCT/IPEA/416
International application No. PCT/JP2003/014509		International filing date (day/month/year) 14 November 2003 (14.11.2003)	Priority date (day/month/year) 14 November 2002 (14.11.2002)	
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C30B 29/06, 15/00				
Applicant KOMATSU DENSHI KINZOKU KABUSHIKI KAISHA				

- This report is the international preliminary examination report, established by this International Preliminary Examining Authority under Article 35 and transmitted to the applicant according to Article 36.
- This REPORT consists of a total of 5 sheets, including this cover sheet.
- This report is also accompanied by ANNEXES, comprising:
 - ☒ (sent to the applicant and to the International Bureau) a total of 51 sheets, as follows:
 - ☒ sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis of this report and/or sheets containing rectifications authorized by this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions).
 - ☐ sheets which supersede earlier sheets, but which this Authority considers contain an amendment that goes beyond the disclosure in the international application as filed, as indicated in item 4 of Box No. I and the Supplemental Box.
 - ☐ (sent to the International Bureau only) a total of (indicate type and number of electronic carrier(s)) _____, containing a sequence listing and/or tables related thereto, in computer readable form only, as indicated in the Supplemental Box Relating to Sequence Listing (see Section 802 of the Administrative Instructions).
- This report contains indications relating to the following items:
 - ☒ Box No. I Basis of the report
 - ☐ Box No. II Priority
 - ☐ Box No. III Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
 - ☒ Box No. IV Lack of unity of invention
 - ☒ Box No. V Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
 - ☐ Box No. VI Certain documents cited
 - ☐ Box No. VII Certain defects in the international application
 - ☐ Box No. VIII Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 14 June 2004 (14.06.2004)	Date of completion of this report 10 December 2004 (10.12.2004)
Name and mailing address of the IPEA/JP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY

International application No.

PCT/JP2003/014509

Box No. I Basis of the report

1. With regard to the language, this report is based on the international application in the language in which it was filed, unless otherwise indicated under this item.

- ☐ This report is based on translations from the original language into the following language _____, which is language of a translation furnished for the purpose of:
- ☐ international search (under Rules 12.3 and 23.1(b))
- ☐ publication of the international application (under Rule 12.4)
- ☐ international preliminary examination (under Rules 55.2 and/or 55.3)

2. With regard to the elements of the international application, this report is based on *(replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report)*:

- ☐ The international application as originally filed/furnished
- ☒ the description:
- pages _____, as originally filed/furnished
- pages* 1-50 received by this Authority on 22 November 2004 (22.11.2004)
- pages* _____ received by this Authority on _____
- ☒ the claims:
- pages 1-18, 21, as originally filed/furnished
- pages* _____, as amended (together with any statement) under Article 19
- pages* 19, 20 received by this Authority on 22 November 2004 (22.11.2004)
- pages* _____ received by this Authority on _____
- ☒ the drawings:
- pages 1-37, as originally filed/furnished
- pages* _____ received by this Authority on _____
- pages* _____ received by this Authority on _____
- ☐ a sequence listing and/or any related table(s) – see Supplemental Box Relating to Sequence Listing.

3. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/figs _____
- ☐ the sequence listing (*specify*): _____
- ☐ any table(s) related to sequence listing (*specify*): _____

4. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments annexed to this report and listed below had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/figs _____
- ☐ the sequence listing (*specify*): _____
- ☐ any table(s) related to sequence listing (*specify*): _____

* If item 4 applies, some or all of those sheets may be marked "superseded."

Box No. IV Lack of unity of invention

1. ☐ In response to the invitation to restrict or pay additional fees the applicant has:

- ☐ restricted the claims.
- ☐ paid additional fees.
- ☐ paid additional fees under protest.
- ☐ neither restricted nor paid additional fees.

2. ☒ This Authority found that the requirement of unity of invention is not complied with and chose, according to Rule 68.1, not to invite the applicant to restrict or pay additional fees.

3. This Authority considers that the requirement of unity of invention in accordance with Rules 13.1, 13.2 and 13.3 is

- ☐ complied with.
- ☒ not complied with for the following reasons:

The "special technical feature" of the inventions described in claims 1-18 is controlling the size and density of void defects with good precision so they are under predetermined level without impairing productivity. In contrast to this, the "special technical feature" of the invention described in claims 19-21 is improving the yield of defect-free crystals by making the carbon concentration in silicon monocrystals 3×10^{15} atoms/cm³ or less, and the technical feature of the invention described in claims 1-18 is not described at all.

Therefore the inventions described in claims 1-21 include two inventions and are not found to form a single general inventive concept.

4. Consequently, this report has been established in respect of the following parts of the international application:

☒ all parts.

☐ the parts relating to claims Nos. _____

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY

International application No.
PCT/JP03/14509**Box No. V** Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement**1. Statement**

Novelty (N)	Claims	8, 9	YES
	Claims	1-7, 10-21	NO
Inventive step (IS)	Claims		YES
	Claims	1-21	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-21	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations (Rule 70.7)

Document 1: JP, 2001-278692, A (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.), 10 October 2001

Document 2: JP, 61-193456, A (TOSHIBA CORPORATION, ET AL.), 27 August 1986

Document 3: JP, 2001-102385, A (MITSUBISHI MATERIALS SILICON CORPORATION),
13 April 2001

Document 4: JP, 03-279290, A (OSAKA TITANIUM CO., LTD.), 10 December 1991

Claims 1-5

The subject matter of claims 1-5 is not novel on account of document 1 cited in the ISR.

Document 1 describes a silicon wafer manufacturing method that provides a large temperature gradient in which $G = 3.66\text{K/mm}$ and pulling up monocrystals near the critical value for F/G . A high-quality wafer is produced, so it can be inferred that the solid-liquid interface is controlled to a convex shape with respect to the melt.

Claims 6, 7

The subject matter of claims 6 and 7 is not novel on account of document 1 cited in the ISR.

Document 1 describes manufacturing a silicon wafer with no observation of OSF.

Claims 8, 9

The subject matter of claims 8 and 9 does not involve an inventive step on account of documents 1 and 2 cited in the ISR.

The inventions of documents 1 and 2 have the same technical point about obtaining a high-quality silicon wafer. Employing means for heat treating a wafer described in document 2 in the silicon wafer manufactured with F/G control described in document 1 in order to resolve the shared technical issue could easily be conceived by a person skilled in the art.

Claims 10-16

The subject matter of claims 10-16 is not novel on account of document 1 cited in the ISR.

Document 1 describes a silicon wafer manufacturing method that provides a cooling tube. The cooling tube is equivalent to the "cooler" in the present invention.

Claims 17, 18

The subject matter of claims 17 and 18 is not novel on account of document 1 cited in the ISR.

Document 1 describes a low-defect silicon wafer. This wafer satisfies the requirements of claims 17 and 18.

Supplemental Box

In case the space in any of the preceding boxes is not sufficient.

Continuation of Box V:

Claims 19, 20

The subject matter of claims 19 and 20 is not novel on account of document 3 cited in the ISR.

Document 3 describes a defect-free silicon wafer and manufacturing method therefor in which the carbon concentration is $1 \times 10^{15}/\text{cm}^3$.

Claim 21

The subject matter of claims 19 and 20 is not novel on account of document 4 cited in the ISR.

Document 4 describes a lifting device equipped with a radiating screen that can be set at a desired position. The device of claim 21 and the device described in document 4 are the same invention.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.